

# ВЛИЯНИЕ ИОННОГО АССИСТИРОВАНИЯ НА ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

*Е. В. Краев, И. С. Макогон*

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», г. Саров Нижегородской обл.

## Вступление

В современном оптическом приборостроении и лазерной технике применение оптических элементов с интерференционными покрытиями уже продолжительное время считается не просто нормой, а зачастую необходимостью. При различных конфигурациях тонких пленок можно получать просветляющие, отражающие, поляризационные покрытия, интерференционные фильтры и т. д. С развитием техники и методов нанесения тонких пленок существенно расширился диапазон материалов, применяемых для получения интерференционных покрытий. Также расширился арсенал устройств для испарения материала. В настоящее время наиболее распространенными материалами для получения интерференционных покрытий являются оксиды. В отличие от ранее применяемых материалов, оксиды обладают высокой механической прочностью, химической стойкостью, в том числе к воде. Чаще всего для нанесения тонких пленок оксидов применяют электронно-лучевой испаритель, поскольку он обеспечивает высокие скорости нанесения тонких пленок, работает в условиях высокого вакуума ( $10^{-8}$  –  $8 \cdot 10^{-4}$  мБар) и гибко настраивается под технологические условия.

Для повышения адгезии и стимуляции роста оксидной пленки во время ее нанесения на подложку зачастую повышают температуру внутри вакуумной камеры. Обычно температура во время нанесения поддерживается на уровне 200–300 °С. Однако, не для всех видов используемых подложек возможно использование таких высоких температур. Также при остывании подложки после нанесения покрытия возможно появление термических напряжений в покрытии. Высокие температуры удаляют с поверхности адсорбированные газы. Подобное явление положительно сказывается на фазу подготовки к нанесению покрытия, так как уменьшается остаточное давление внутри вакуумной камеры. В процессе нанесения оксидных пленок необходима подача дополнительного кислорода в камеру для избегания эффекта недоокисления осаждаемой пленки. Высокие температуры подложки также не позволяют дополнительному кислороду задерживаться на поверхности подложки для эффективного окисления осаждаемой пленки.

Применение ионных источников в процессе нанесения тонких пленок избавляет сразу от нескольких недостатков термического метода стимуляции роста пленки. Ионы, обладающие высокой кинетиче-

ской энергией, разогревают подложку (а в дальнейшем растущую пленку) только в поверхностном слое, не вызывая общего прогрева подложки. При работе ионного источника с использованием в качестве газа кислорода или смесей с ним позволяет пленке эффективней окисляться на поверхности подложки. Соответственно, после нанесения покрытия, оно менее подвержено эффекту появления дефектов после остывания (разница температур в 3–4 раза меньше). Значительно снижается шанс получения недоокисленных пленок.

Ключевым фактором в росте кристаллической пленки является подвижность адатомов. Ионный источник, благодаря поверхностному нагреву, повышает данную подвижность. Поскольку подвижность адатомов высокая, пленка растет равномерно по поверхности, с высокой адгезией к последовательно наносимому покрытию. Соответственно, пленка получается плотной, с малым количеством пустот. Плотность пленки влияет на ее оптические характеристики, например, показатель преломления. При производстве оптических покрытий показатель преломления пленки является основной величиной (также как и толщина пленки), вводимой в расчет итоговых характеристик оптического покрытия. В представленной работе рассмотрено влияние ионного асистирования на оптические характеристики основных оксидных пленок, применяемых в настоящее время для производства оптических покрытий.

## Ионный источник и его применение

Общий вид ионного источника, используемого в работе, представлен на рис. 1



Рис. 1. Общий вид ионного источника

Конструкция ионного источника предполагает получение потока ионов из газоразрядной плазмы. Реализованный механизм получения потока ионов позволяет получать пучки ионов с низкой энергией (100–300 эВ) для применения в процессе ионного ассистирования. Ионные источники, использующие другие методы получения ионных пучков, отличаются большими энергиями ионов, что негативно сказывается на качестве оптических покрытий, так как при больших энергиях ионов (от 500 эВ) реализуется режим ионного травления. При применении подобных источников для ионного ассистирования возможно удаление осажденного материала с подложки, затруднение роста пленки за счет выбивания атомов с поверхности, неравномерный рост пленки, рост дефектов.

Поток газа, контролируемый расходомером, поступает в ионный источник для зажигания газоразрядной плазмы. Энергия и плотность потока ионов задается и контролируется в автоматическом режиме заводским контроллером разряда. Поток газа, контролируемый расходомером, изменяется контроллером разряда для поддержания стабильных параметров ионного разряда.

Нейтрализация заряда происходит с помощью вольфрамовой нити. Нить располагается вблизи ионного пучка. Параметры нейтрализованного заряда наблюдаются контроллером нейтрализатора. При отсутствии или недостаточности нейтрализации заряда ионный пучок может изменить направление потока, на поверхности подложки могут возникнуть разрушения из-за электрического пробоя, происходит накопление заряда на поверхности подложки.

### Условия и техника проведения эксперимента

Для проведения экспериментальных нанесений интерференционных пленок используется вакуумная напылительная система. В настоящее время наиболее распространенным методом нанесения оптических покрытий является электронно-лучевое вакуумное осаждение. Электронный пучок с заданной энергией сканирует поверхность тигля с материалом. Под воздействием электронного пучка температура материала поднимается до необходимой для получения давления паров, соответствующих технологическому процессу. Пары материала осаждаются на подложке, образуя тонкую пленку. Данный метод характеризуется высокими скоростями нанесения материалов, универсальностью применения для различных материалов, возможностью контроля наносимого покрытия методом кварцевого резонатора и оптическим монитором. Для нанесения тонких пленок были выбраны основные применяемые материалы – оксиды циркония, гафния и титана. Данные материалы применяются при создании интерференционных покрытий различных назначений – отражающие, просвет-

ляющие, поляризационные и т. д. В качестве образцов были выбраны полированные платины стекла К8.

Перед нанесением тонкой пленки вакуумная камера очищается от продуктов напыления, производится закладка материала в чистый тигель электронной пушки. В планетарную систему вращения помещается образец, предварительно очищенный в ультразвуковой ванне и ручной протиркой этиловым спиртом для удаления загрязнений и частиц абразива, оставшихся после изготовления подложки. Для оптического контроля помещается свидетель в устройство смены свидетеля, оптический монитор калибруется и при необходимости настраивается. Откачка вакуумной камеры производится с помощью безмасляного винтового насоса и криогенного насоса. Давление в камере контролируется с помощью широкодиапазонного вакуумметра. После откачки камеры до давления  $1 \cdot 10^{-4}$  мБар включается прогрев, реализованный в виде кварцевых ламп суммарной мощностью 4,5 кВт. Камера и подложки прогреваются до температуры 200 °С для удаления адсорбированных газов с поверхности подложки и вакуумной арматуры. После прогрева производится ионная очистка пучком ионов с высокой энергией. На момент начала процесса нанесения тонкой пленки остаточное давление газов в камере не превышает  $2 \cdot 10^{-5}$  мБар. Температура внутри камеры устанавливается на уровне 100 °С для избегания эффекта удаления дополнительно поступающего кислорода с поверхности подложки. В процессе нанесения контролируется скорость роста пленки, спектр отражения свидетеля, давление внутри камеры. Скорость роста пленки поддерживается в автоматическом режиме путем регулирования силы тока электронной пушки. Давление в камере поддерживается на одном уровне в автоматическом режиме путем подачи кислорода в камеру через расходомер. По спектру отражения определяется момент, когда пленка или покрытие соответствует необходимому спектру. При совпадении расчетного спектра с измеряемым напыление прекращается.

В качестве контролируемых оптических свойств тонкой пленки был принят показатель преломления. Измерение показателя преломления производится с помощью спектрального эллипсометра. Зависимость показателя преломления от длины волны измеряемой пленки представляется в виде коэффициентов Коши.

### Результаты эксперимента

Для определения влияния ионного ассистирования на показатель преломления были изготовлены образцы с тонкими пленками диоксидов титана, циркония и гафния. Условия нанесения пленок в вакуумной камере были неизменными. Скорость роста

пленок составляла 1,2 А/с, давление в камере под-держивалось на уровне  $2,6 \cdot 10^{-4}$  мБар. В случае, когда ионный источник работал, кислород в камеру посту-пал из ионного источника и расходомера. При нера-ботающем ионном источнике кислород поступал

только через расходомер. Полученные образцы из-мерялись на спектральном эллипсометре для опреде-ления показателя преломления тонких пленок. Срав-нительные графики зависимостей показателей преломления от длины волны представлены на рис. 2–4.

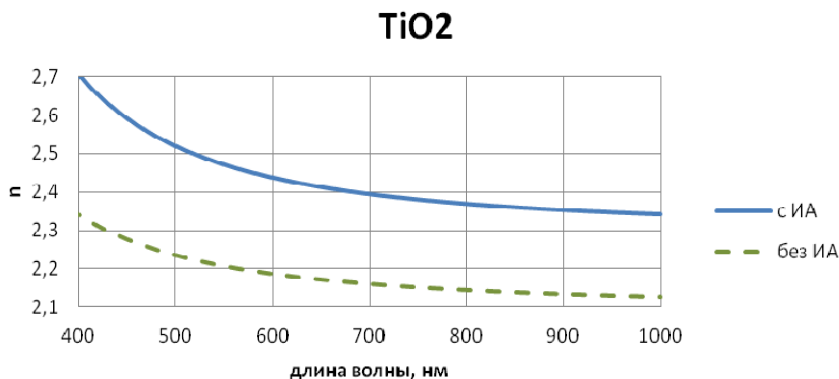


Рис. 2. Зависимость показателя преломления от длины волны диоксида титана с ионным ассистированием и без него

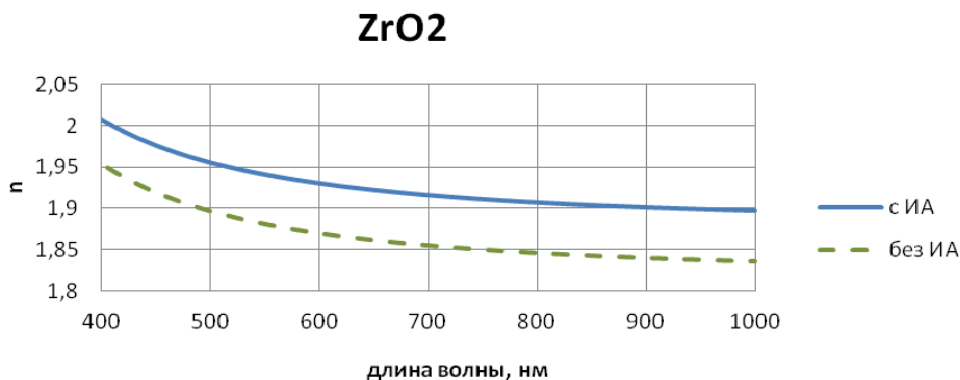


Рис. 3. Зависимость показателя преломления от длины волны диоксида циркония с ионным ассистированием и без него

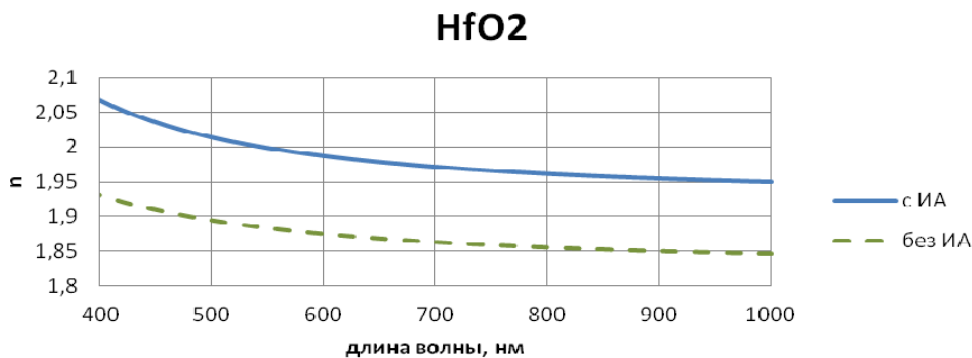


Рис. 4. Зависимость показателя преломления от длины волны диоксида гафния с ионным ассистированием и без него

Как видно из полученных данных, с ионным ассистированием возрастает показатель преломления тонкой пленки. Данный эффект можно объяснить меньшей пористостью пленки, возникающей за счет уплотнения ионным пучком растущего материала на поверхности подложки. Уплотнение происходит за счет поверхностного нагрева подложки пучком ионов, что в свою очередь увеличивает подвижность адатомов, улучшая адгезию тонкой пленки во время роста.

Повышение показателя преломления тонкой пленки влияет на конечный результат спектральных характеристик оптического покрытия. Поскольку с повышением показателя преломления возрастает оптическая толщина пленки, которая играет решающую роль в формировании спектральных характеристик покрытия, геометрическую толщину тонкой пленки можно уменьшить для получения аналогичных спектральных характеристик. Для примера, произведем расчет просветляющего покрытия для длины волны 550 нм на основе двухслойного покрытия на стекле К8. На рис. 5 представлены расчетные спектры отражения просветляющего покрытия, рассчитанные для диоксида гафния с ионным ассистированием и без него.

Как видно из рис. 5, итоговые спектры рассчитанных покрытий идентичны. Однако для изготовления данных покрытий требуется меньшая толщина диоксида гафния за счет высокого показателя преломления. Необходимые толщины приведены в табл. 1.

Расчетные толщины для двухслойного просветляющего покрытия с ионным ассистированием и без него

Материал	Толщина пленки, нм	
	С ионным ассистированием	Без ионного ассистирования
HfO <sub>2</sub>	60,9	81,3
SiO <sub>2</sub>	229,1	218,7

Аналогично рассчитаем отражающее покрытие на основе диоксида титана для длины волны 1064 нм.

Также как и в случае с двухслойным покрытием, при идентичных спектральных характеристиках отражающих покрытий, требуются меньшие толщины пленок при применении ионного ассистирования. Также снижается число пар четвертьволновых слоев, необходимых для создания отражающего покрытия. Необходимые толщины и число слоев приведены в табл. 2.

Таблица 2

Расчетные толщины для отражающего покрытия с ионным ассистированием и без него

Материал	Толщина пленки, нм	
	С ионным ассистированием	Без ионного ассистирования
TiO <sub>2</sub>	113,9	124,1
SiO <sub>2</sub>	181,4	181,4
Число пар слоев	9	11

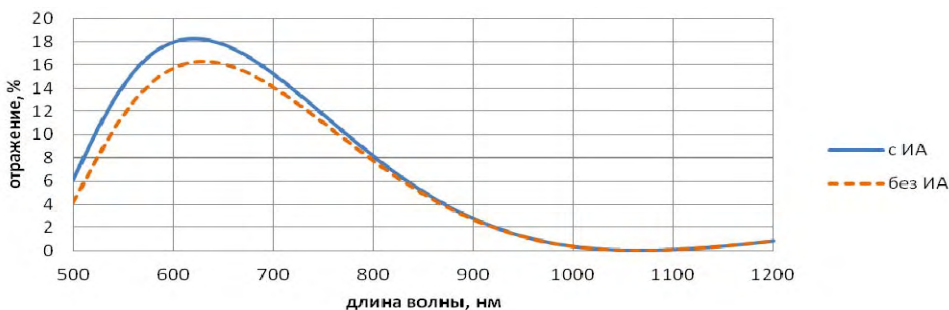


Рис. 5. Расчетный спектр отражения двухслойного просветляющего покрытия с ионным ассистированием и без него

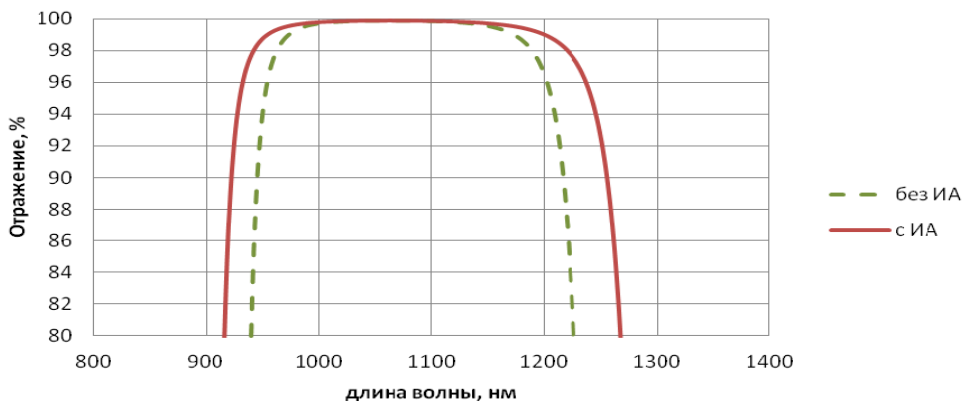


Рис.6. Расчетный спектр отражения отражающего покрытия с ионным ассистированием и без него

Исходя из приведенных данных, можно сделать вывод о влиянии ионного ассистирования на оптические свойства интерференционных пленок. Все три исследуемых материала, широко используемых для создания оптических покрытий, показали значительное увеличение показателя преломления тонкой пленки. Увеличение показателя преломления тонкой пленки при производстве оптических покрытий имеет важное значение при расчете и нанесении покрытий. В случае с просветляющими покрытиями применение ионного ассистирования позволяет наносить меньшую толщину высокопреломляющего слоя, однако толщина низкопреломляющего слоя становится больше. В случае с отражающими покрытиями, помимо уменьшения толщины высокопреломляющего слоя, уменьшается число пар слоев, необходимых для достижения высокого коэффициента отражения готового изделия.

Применение ионного ассистирования при изготовлении оптических покрытий, помимо изменения оптических свойств, имеет большой экономический эффект. Снижение толщины наносимых слоев приводит к уменьшению времени изготовления покрытия и затрат материалов. Снижение числа пар слоев для отражающих покрытий ведет к снижениям затрат ресурсов до 20 %.

В данной работе проведен анализ изменения показателя преломления, как основного оптического свойства интерференционной пленки, от наличия пучка ионов при осаждении этих пленок. Однако, следует учесть опыт коллег [3] о влиянии ионного ассистирования на коэффициент экстинкции тонкой

пленки, поскольку поглощение и рассеяние тонких пленок существенно влияют на конечные оптические свойства изделия. Также следует отметить, что ионное ассистирование в проведенной работе проводилось в фиксированном режиме. По предварительным проведенным нами экспериментальным работам можно утверждать, что на оптические свойства влияет не только фактор наличия или отсутствия ионного пучка в процессе нанесения пленки, но и энергетические параметры этого пучка. Приведенные направления исследований являются приоритетными для дальнейшего определения влияния ионного ассистирования на оптические характеристики диэлектрических покрытий.

## Литература

1. Tikhonravov A. V., Trubetskov M. K., Amotchkina T. V. Optical parameters of oxide films typically used in optical coating production // *Applied optics*. 2011. Vol. 50. N9. P. 75–85.
2. Duparré A., Ristau D. Optical Interference Coatings Measurement Problem // *Applied optics*. 2008. Vol. 47. P. 179–184.
3. Thielsch R., Gatto A., Heber J., Kaiser N. A comparative study of the UV optical and structural properties of SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and HfO<sub>2</sub> single layers deposition by reactive evaporation, ion-assisted deposition and plasma ion-assisted deposition // *Thin solid films*. 2002. Vol. 410. P. 86–93.