

Министерство образования и науки Российской Федерации
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра физики полупроводников

**Получение просветляющих покрытий на стёклах с высоким показателем
преломления**

АВТОРЕФЕРАТ МАГИСТЕРСКОЙ РАБОТЫ

Студента 2 курса 202 группы

направления 11.04.04 «Электроника и наноэлектроника»

факультета нано- и биомедицинских технологий

Минина Сергей Владимировича

Научный руководитель

д.ф.-м.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

Роках А.Г.

фамилия, инициалы

Консультант

к.т.н., гл. технолог

подпись, дата

Козырев А.А.

фамилия, инициалы

«НПП «Инжект»

должность, уч. степень, уч. звание

Зав. кафедрой

д.ф.-м.н., профессор

подпись, дата

Михайлов А.И.

фамилия, инициалы

должность, уч. степень, уч. звание

Саратов 2017 год

Содержание

Введение

1. Технологии нанесения диэлектрических покрытий.....	3
2. Описание используемого оборудования и методов исследования.....	5
3. Экспериментальная часть.....	8
3.1 Исследование стекла с высоким показателем преломления.....	8
3.2 Однослойные просветляющие покрытия.....	9
3.3 Расчёт параметров двухслойного просветляющего покрытия для стекла с высоким показателем преломления.....	10
3.4 Нанесение четвертьволнового двухслойного просветляющего покрытия на стекло с высоким показателем преломления на основе ZrO_2+SiO_2	12
Заключение.....	13
Литература.....	15

Введение

Основная задача просветляющих покрытий состоит в увеличении коэффициента пропускания в заданном диапазоне длин волн. Решение такой задачи при создании покрытий, работающих в широком спектральном диапазоне, включающем ультрафиолетовую, видимую и ближнюю инфракрасную часть спектра, осложняется тем, что коэффициент пропускания существенно зависит от показателя преломления просветляемого материала. Применение просветляющих покрытий позволяет снизить коэффициент отражения на границе стекло – воздух от 4-12 % до 0,01% на одной длине волны до 0,5% в широком спектральном диапазоне. Конструкции просветляющих покрытий, разработанные для лазерных систем, позволяют обеспечить пропускание одного оптического элемента более 99 %.

1. Технологии нанесения диэлектрических покрытий

При нанесении тонких пленок в вакууме используются два метода создания потока частиц в вакууме: термическое испарение и ионное распыление. В первом методе используются испарители с резистивным или электронно–лучевым нагревами, а при втором – системы диодного или магнетронного распыления.

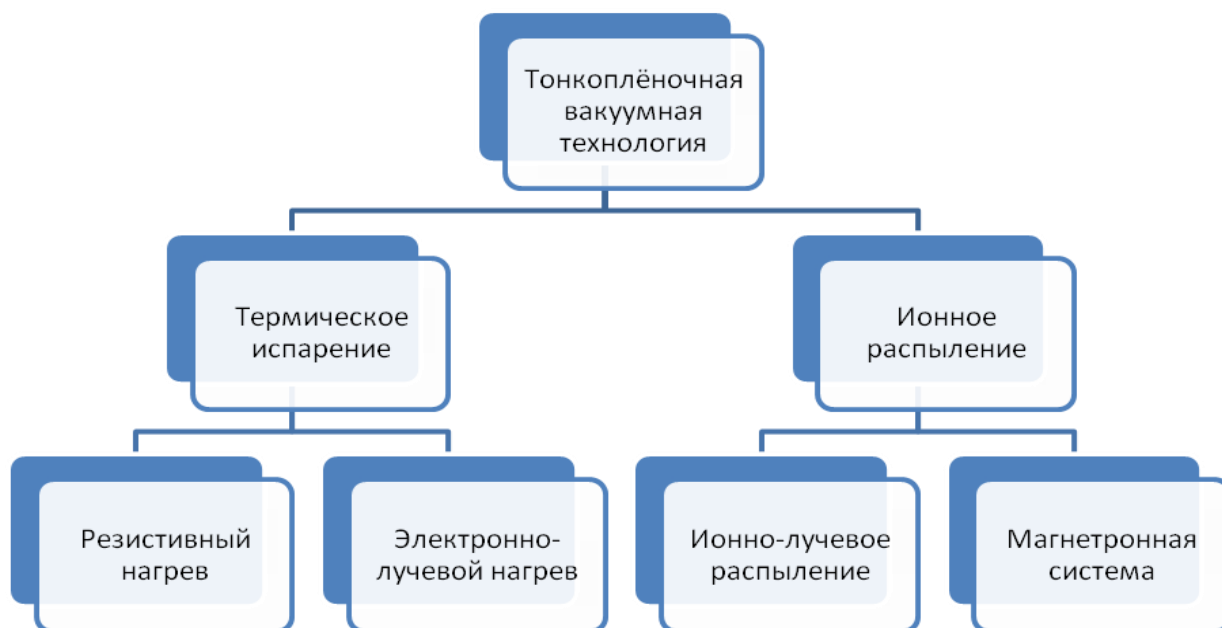


Рис. 1. Основные технические способы испарения материала в вакууме

Резистивный метод

Метод получения пленок путем испарения вещества в вакууме и последующего его осаждения на подложке, который иногда называют методом термовакuumного испарения, является одним из универсальных для получения тонких пленок. Возможность контролировать и управлять процессом напыления пленок в вакууме даёт воспроизводимость структуры и свойств пленок, получаемых при испарении различных материалов. Параметрами процесса являются температура испарителя и определяемая ею плотность потока пара, скорость напыления, зависящая как от температуры испарителя, так и от взаимного расположения испарителя и подложки, температура подложки, давление остаточных газов в камере.

Испарители с резистивным нагревом более просты, контроль температуры в них легко осуществляется за счёт тока и потребляемой мощности.

Электронно-лучевой метод

При облучении поверхности испаряемого материала электронным лучом, большая доля кинетической энергии электронов превращается в тепло, нагревая материал до температуры испарения. В потоке пара размещают подложку, на которой конденсируется испаряемый материал. Вблизи испаряемого материала или тигля располагается катод. Под действием ускоряющего напряжения между катодом и тиглем пучок электронов бомбардирует испаряемый материал. Управляющий электрод находится под потенциалом катода и служит для фокусировки электронного пучка.

Ионное распыление

Метод ионного распыления является, так же как и метод термического испарения, универсальным методом для получения тонких пленок различных материалов. Ионное распыление вещества происходит при бомбардировке поверхности мишени ионами инертного газа, далее распыленные частицы конденсируются на подложке, образуя пленку.

Преимущества перед методом термического испарения:

- а) возможность получения пленок тугоплавких металлов;
- б) отсутствие фракционирования при распылении многокомпонентных материалов и возможность получать пленки сплавов, смесей и соединений с сохранением стехиометрического состава;
- в) большая емкость источника и возможность напыления в установках непрерывного действия;
- г) равномерность пленки по толщине.

Ионное распыление является практически безынерционным процессом и прекращается при отключении напряжения питания. Процессом напыления пленки методом ионного распыления легко управлять, а значит облегчается автоматизация нанесения покрытия.

Магнетронное распыление

Основные элементы магнетронных распылительных систем: катод–мишень, анод и магнитная система; подложки располагаются вблизи мишени параллельно ей. Анод обычно заземлен или имеет небольшой положительный потенциал, на мишень от источника питания подается отрицательное напряжение. В пространстве анод – катод создаются неоднородные электрическое и магнитное поля. Лавинный пробой разрядного промежутка начинается ионизацией газа свободными электронами.

2. Описание используемого оборудования и методов исследования

Матричный метод

Для расчёта спектральных характеристик многослойных структур используется матричный метод. Он заключается в том, что каждому слою ставится в соответствие характеристическая матрица преобразования электромагнитного излучения или матрица интерференции.

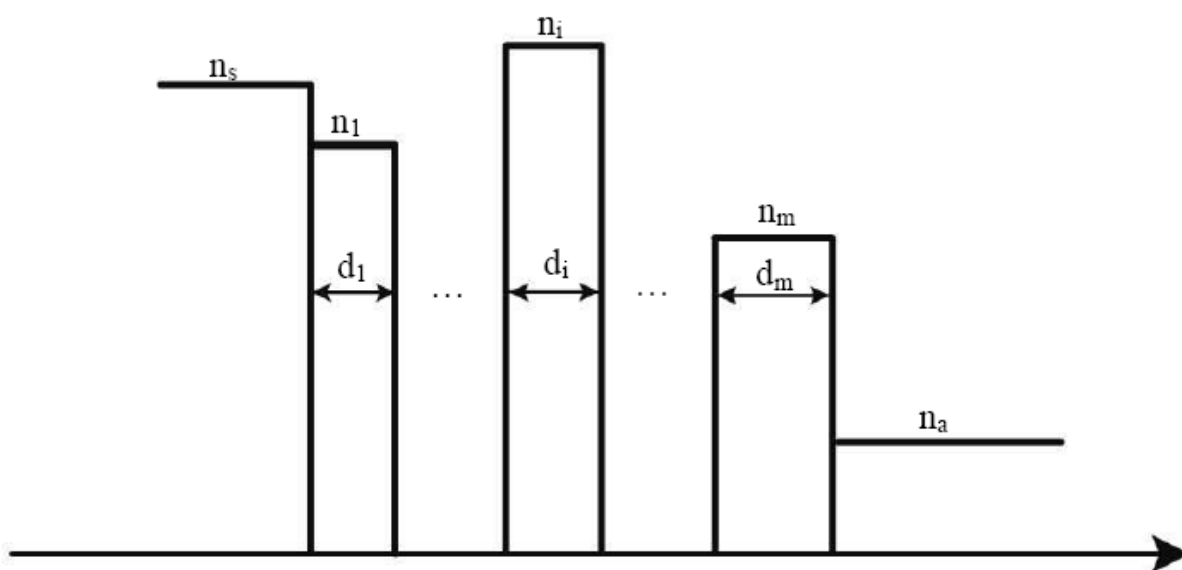


Рис. 4. Структура многослойного покрытия на подложке с показателем преломления n_s . [3]

Для слоя с номером i такая матрица имеет вид:

$$M_i = \begin{pmatrix} \cos\varphi_i & \frac{i}{n_i} \sin\varphi_i \\ in_i \sin\varphi_i & \cos\varphi_i \end{pmatrix} \quad (1)$$

где $\varphi_i = \frac{2\pi}{\lambda} n_i d_i$ – фазовая толщина слоя i , λ – длина волны падающего света. Характеристическая матрица всего покрытия получается из произведения всех характеристических матриц слоёв многослойного покрытия:

$$M = \prod_{i=1}^m M_i = \begin{pmatrix} m_{11} & m_{12} \\ m_{21} & m_{22} \end{pmatrix} \quad (2)$$

Амплитудные коэффициенты пропускания и отражения выражаются через элементы характеристической матрицы покрытия следующим образом:

$$t = 2 \frac{n_s}{n_s(m_{11}+m_{12})+m_{21}+n_a m_{22}} \quad (3)$$

$$r = 2 \frac{n_s m_{11} - n_a m_{22} + n_a n_s m_{12} - m_{21}}{n_s m_{11} + n_a m_{22} + n_a n_s m_{12} + m_{21}} \quad (4)$$

где n_s - показатель преломления подложки, n_a – показатель преломления среды.

Энергетический коэффициент пропускания и отражения связан с соответствующими амплитудными коэффициентами следующим образом [6]:

$$T = \frac{n_a}{n_s} |t|^2 \quad (5)$$

$$R = |r|^2 \quad (6)$$

Таким образом, чтобы рассчитать спектр пропускания или спектр отражения многослойного покрытия, другими словами, построить график функции $R(\lambda)$ или $T(\lambda)$, требуется знать фазовую толщину каждого слоя.

Чтобы однослойное покрытие было просветляющим, необходимо чтобы выполнялись одновременно два условия:

$$\begin{cases} n_1 d_1 = (2k + 1) \frac{\lambda}{4} \\ n_1 = \sqrt{n_a n_s} \end{cases} \quad (7)$$

Чтобы узнать величину просветления на любой длине волны, необходимо построить спектральную характеристику просветляющего покрытия. Спектральная характеристика просветляющего покрытия – это зависимость энергетического коэффициента отражения или пропускания от длины волны света. Матричный метод позволяет строить спектральные характеристики как однослойных, так и многослойных покрытий.

Установка вакуумного напыления «УВН РЭ.Э-60-2»

Назначение элементов системы откачки

Насос механический используется для форвакуумной откачки камеры и крионасоса. Крионасос предназначен для высоковакуумной откачки вакуумной камеры. Криокомпрессор обеспечивает криостат крионасоса гелием высокого давления.

Электронно-лучевой испаритель

Электронно-лучевой испаритель состоит из трех основных частей: электронной пушки, отклоняющей системы и барабанной системы из 6 охлаждаемых тиглей. Электронная пушка предназначена для формирования потока электронов и состоит из вольфрамового термокатода и фокусирующей системы. Электроны, эмитируемые катодом, проходят фокусирующую систему, ускоряются за счет разности потенциалов между катодом и анодом (до 10 кВ) и формируют электронный луч.

Оптический контроль

Оптический контроль толщины покрытия в данной установке ведется с помощью спектрофотометра IRIS 0411. Такая встраиваемая система

предназначена для измерения спектральных характеристик отражения и пропускания плоских оптических деталей и покрытий на них. Программное обеспечение системы позволяет отображать на интерфейсе измеренный спектр и сохраненные спектры отражения и пропускания, а так же управлять параметрами измерения.

Источник ионного ассистирования (ИИА)

ИИА применяется для ионной очистки подложек и ассистирования процессов нанесения покрытий методом электронно-лучевого испарения в вакууме. Источник генерирует конический расходящийся поток ионов рабочего газа, что обеспечивает покрытие требуемой зоны воздействия.

Спектрофотометр Photon RT

Спектрофотометр Photon RT предназначен для измерения спектральных характеристик отражения, пропускания и оптической плотности плоских оптических деталей и покрытий на них в поляризованном свете.

3. Экспериментальная часть

3.1 Исследование стекла с высоким показателем преломления

На спектрофотометре был снят спектр пропускания стекла с высоким показателем преломления.

Пропускание T стекла с высоким показателем преломления было рассчитано из экспериментальных значений суммарного пропускания T_S с использованием модели многократного отражения света, схематически изображённой на рис. 12.

$$T_S = T^2 * (1 + (1 - T)^2 + (1 - T)^4 + (1 - T)^n) \quad (8)$$

Поскольку $T < 1$, $(1 - T) < 1$, то множитель перед T^2 можно рассматривать как бесконечно убывающую геометрическую прогрессию, первый член которой $= 1$, а знаменатель $q = 1 - T$. Таким образом, выражение 23 принимает вид:

$$T_s = T^2 S_n = \frac{T^2}{1-(1-T)^2} \quad (9)$$

откуда

$$T_s = \frac{T}{2-T} \quad (10)$$

Выражаем T:

$$T = \frac{2T_s}{T_s+1} \quad (11)$$

Расчёт показателя преломления стекла с высоким показателем преломления был произведён по формуле Френеля:

$$T = \frac{(4n_1n_2)}{(n_1+n_2)^2} \quad (12)$$

$n_1=n_s$ – показатель преломления стекла

$n_2=n_a=1$ – показатель преломления среды

T – показатель пропускания для границы воздух-стекло

Поучаем выражение:

$$n_s = 2 \frac{1+\sqrt{1-T}}{T} - 1 \quad (13)$$

Полученное выражение позволяет построить график зависимости показателя преломления стекла с высоким показателем преломления.

3.2. Однослойные просветляющие покрытия

Требуемый показатель преломления для просветления стекла с высоким показателем преломления можно рассчитать по формуле 14 [3]:

$$n_1 = \sqrt{n_a n_s} \quad (14)$$

Для получения однослойного просветляющего покрытия в диапазоне длин волн 700-900 нм необходим материал с показателем преломления 1,34, поскольку $n_a=1$, $n_s=1,8$

Материалов с таким показателем преломления всего два, это MgF_2 и Na_3AlF_6 (криолит).

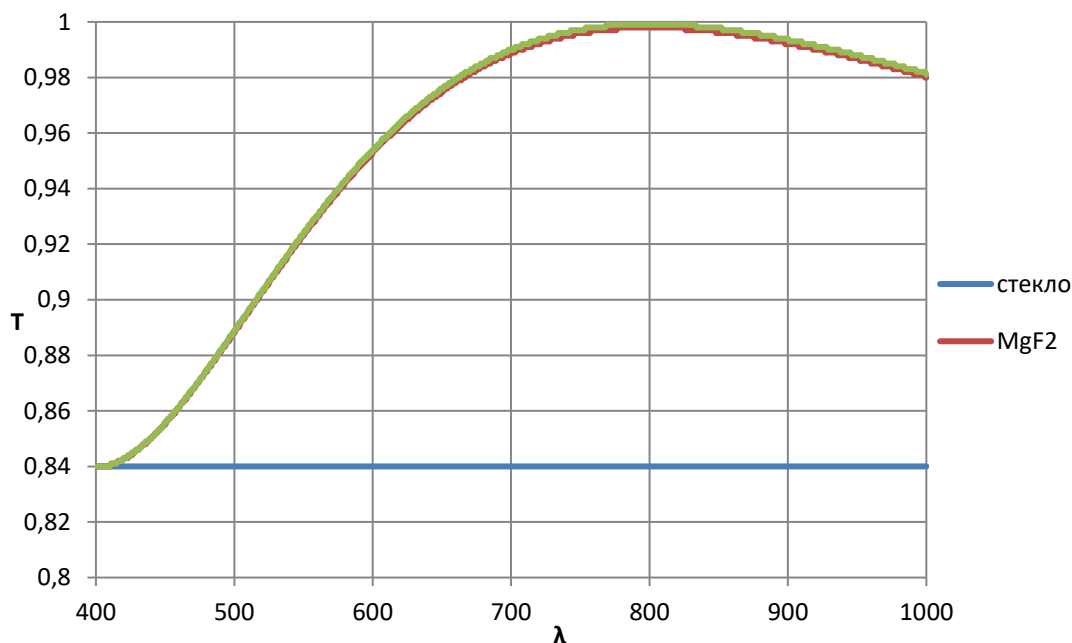


Рис. 14. Расчётный график спектра пропускания просветляющего покрытия MgF_2 и Na_3AlF_6 на стекле с высоким показателем преломления и стекла.

На графике видно, что пропускание на целевой длине волны составляет в случае нанесения просветляющего покрытия на стекло с обеих сторон 99,8 %. На практике нанесение MgF_2 и Na_3AlF_6 как просветляющего покрытия не вызывает технологических проблем, однако, такое просветление может работать только с дополнительным защитным покрытием, либо в условиях пустыни или космоса.

3.3 Расчёт параметров двухслойного просветляющего покрытия для стекла с высоким показателем преломления

Рассмотрим случай с одинаковыми оптическими толщинами.

$$n_1 d_1 = n_2 d_2 \quad (15)$$

Для определения наиболее подходящего материала, воспользуемся формулой[3]:

$$n_1^2 n_s = n_2^2 n_a \quad (16)$$

В формуле (16) две неизвестных величины. Для выбора компонентов просветляющего покрытия подбираем один материал с высоким показателем преломления из наиболее часто употребляемых в качестве оптических покрытий. Рассмотрим материал ZrO_2 с показателем преломления $n_2 = 2,13$ [5]. Согласно формуле (16), чтобы добиться наилучшего просветления, требуется материал с показателем преломления $n_1 = 1,49$. SiO_2 в интересующем нас диапазоне длин волн 700-900 нм имеет показатель преломления $n = 1,45$ [5].

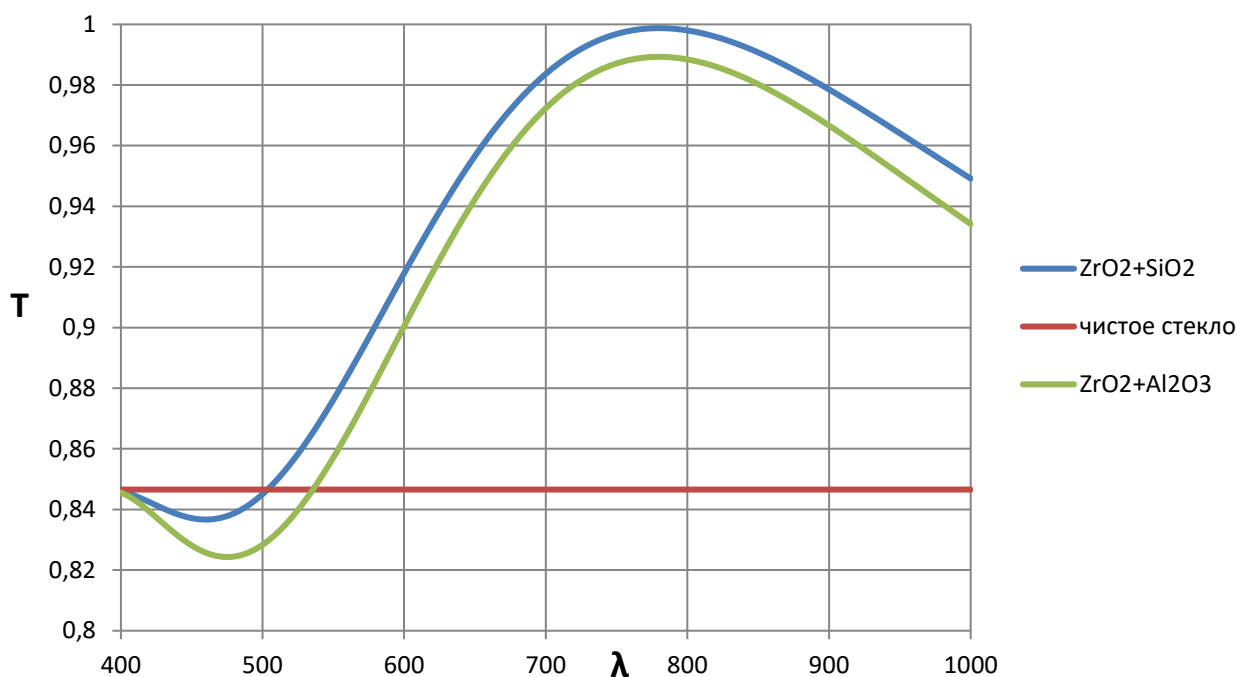


Рис. 16. Расчётный спектр пропускания двухслойного просветляющего покрытия ZrO_2+SiO_2 и $ZrO_2+Al_2O_3$ на стекле с высоким показателем преломления с обеих сторон.

Двухслойное просветляющее покрытие ZrO_2+SiO_2 позволяет добиться пропускания $T = 0,998$ в целевом диапазоне длин волн (700-900 нм). Это означает, что материалы для просветления образца (стекло с высоким показателем преломления) подобраны правильно, и отклонения от требований к показателям преломления минимальны.

Осаждение однослойного покрытия оксида циркония и определение его оптических характеристик

Для определения показателя плёнки (ZrO_2), была нанесена плёнка оксида циркония на стекло К8. Процесс напыления проводился в вакуумной камере при температуре $200^\circ C$ и давлении $3 \cdot 10^{-4}$ Па с ионной очисткой перед распылением материала. В табл. 1 приведены заданные параметры электронно-лучевого испарителя и источника ионного ассистирования, выбранные для проведения процесса напыления.

Табл. 1 Параметры электронно-лучевого испарителя и источника ионного ассистирования для процесса напыления ZrO_2 на стекло К8.

ЭЛИ	
Ускоряющее напряжение, $U_{\text{уск}}$	8 кВ
Ток эмиссии, I_3	50 мА
ИИА	
Ускоряющее напряжение, $U_{\text{уск}}$	120 В
Ток анода, I_a	2,5 А
Ток спирали компенсатора, I_F	18 А

При распылении материала и включении ИИА давление в камере составило $1,5 \cdot 10^{-2}$ Па. Поток кислорода, измеренный расходомером ИИА, составил $14,5 \text{ см}^3/\text{мин}$.

Осаждение однослойного покрытия оксида кремния и определение его оптических характеристик

Процесс напыления покрытия SiO_2 проводился при давлении и температуре в вакуумной камере аналогично с процессом нанесения ZrO_2 ($200^\circ C$ и $3 \cdot 10^{-4}$ Па). Параметры электронно-лучевого испарителя и источника ионного ассистирования подобраны с учётом свойств материала.

Аналогично с покрытием из оксида циркония, были проведены исследования однослойного покрытия SiO_2 на стекле с высоким показателем

преломления. По измеренному спектру пропускания был рассчитан показатель преломления материала в целевом диапазоне длин волн (700-900 нм), который составил $n=1,45$

3.4 Нанесение четвертьволнового двухслойного просветляющего покрытия на стекло с высоким показателем преломления на основе ZrO_2+SiO_2

Напыление двухслойного покрытия ZrO_2+SiO_2 проводилось при таких же параметрах для процесса, как для отдельных компонентов соответствующего слоя, а именно: $T=200^\circ C$, $P_0= 3 \cdot 10^{-4}$ Па. При этом T поддерживалась постоянной в течение всего процесса напыления. Перед началом нанесения покрытий, была проведена ионная очистка образца в течение 10 минут.

ЭЛИ		
Параметры	ZrO_2	SiO_2
Ускоряющее напряжение, $U_{\text{уск}}$	8 кВ	6 кВ
Ток эмиссии, I_s	50 мА	40 мА
ИИА		
Параметры	ZrO_2	SiO_2
Ускоряющее напряжение, $U_{\text{уск}}$	120 В	120 В
Ток анода, I_a	2,5 А	2,5 А
Ток спирали компенсатора, I_F	18 А	18 А

Нанесение просветляющего покрытия на стекло с высоким показателем преломления было проведено с двух сторон, затем был исследован спектр пропускания получившейся структуры подложка-плёнка.

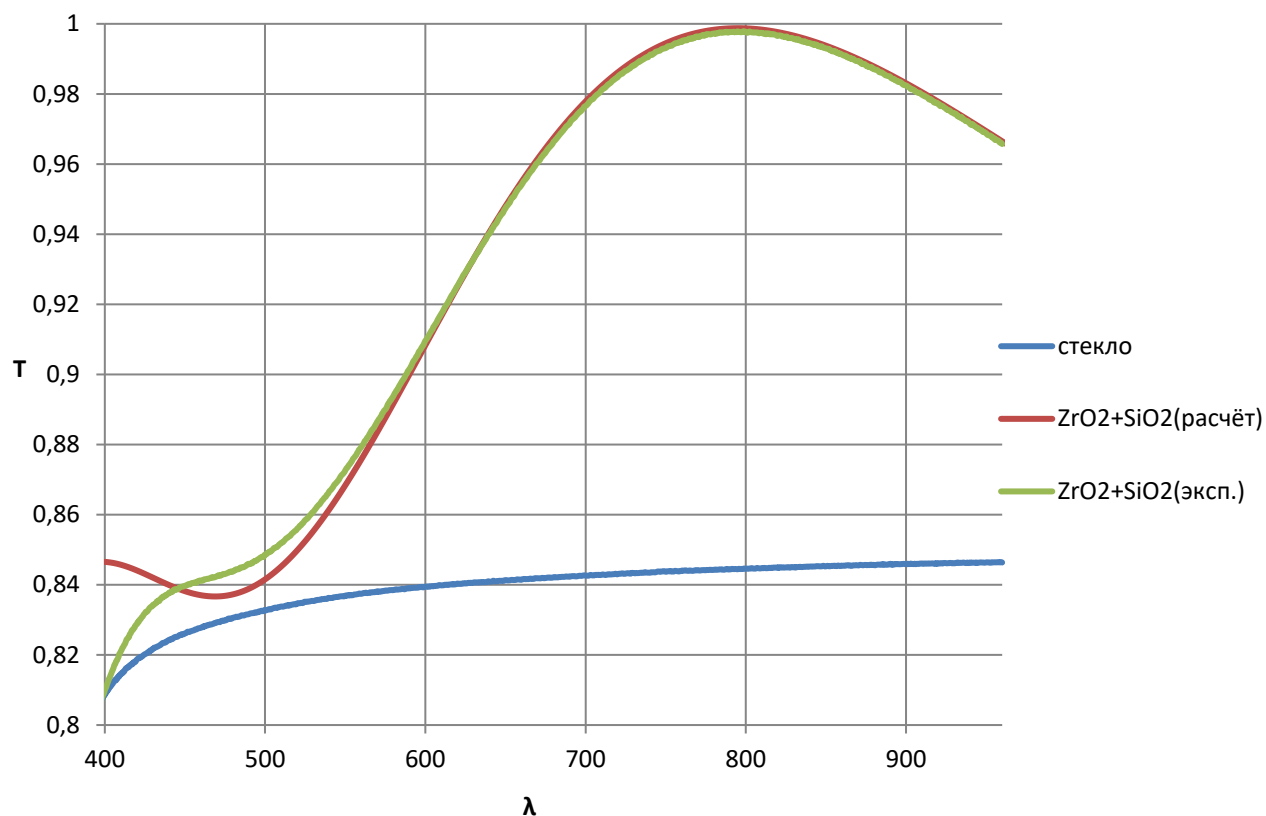


Рис. 21. Спектр пропускания стекла с высоким показателем преломления с просветляющим покрытием ZrO_2+SiO_2 и чистого образца на длине волны 400-1000 нм.

Пропускание просветлённого стекла в максимуме, соответствующего длине волны 800 нм, составило $T=99,79\%$, при расчётном пропускании $T=99,87\%$. Таким образом, нанесение просветляющего покрытия, состоящего из материалов ZrO_2+SiO_2 четвертьволновой толщины, удалось повысить пропускание стекла с высоким показателем преломления на 15,5% (Исходное пропускание на заданной длине волны 800 нм составлял $T=84,25\%$)

4. Заключение

В данной работе было проведено исследование методов получения просветляющих покрытий, был изучен один из методов расчёта спектральных характеристик просветляющих покрытий – матричный метод, с помощью которого были рассчитаны спектры пропускания и показатели преломления однослойных и двухслойных просветляющих покрытий.

В ходе работы были отдельно нанесены однослойные покрытия из оксида циркония и оксида кремния, измерены их спектры пропускания, на

основании которых были рассчитаны их оптические характеристики. Так же исследованы подложки – стекло с высоким показателем преломления и К8.

Напыление покрытий проводилось на установке вакуумного напыления «УВН РЭ.Э-60-2». Подробно изучены принципы работы основных узлов установки.

Исследование спектров всех образцов производилось на монохроматоре Photon RT.

В результате проведённой работы, было получено двухслойное просветляющее покрытие на стекле с высоким показателем преломления, обеспечивающее его просветление до 99,79 %.

Список использованных источников

1. Антоненко С.В. Технология тонких пленок: Учебное пособие. М.: МИФИ, 2008. – 104 с.
2. А.В. Ершов, А.И. Машин, «Многослойные оптические покрытия», Нижегород. гос. у-тет им. Н.И.Лобачевского, -105 с., 2006 г
3. Методы биофотоники для исследования сложных систем / С.А. Сергеев, В.А. Панарин, А.А. Козырев и др. – Саратов: Издательство «Амирит», 2017. – 104с.: ил.
4. Г.В. Розенберг «Многолучевая интерферометрия интерференционные светофильтры», Успехи физических наук., Т. 15, вып. 1, 1952г.
5. Просветляющие покрытия в оптоэлектронике. Проектирование, материалы, особенности технологии: Лабораторная работа по курсу «Физико-химические основы технологии» / Сост. А.В. Ершов, А.И. Машин. – Н. Новгород: ННГУ, 2007. – 28 с.