

ПРОСВЕТЛЕНИЕ ОПТИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ В ОБЛАСТИ СПЕКТРА 2,5–3,5 мкм

© 2008 г. **Р. С. Сабиров***, канд. техн. наук; **И. С. Гайнутдинов***, доктор техн. наук;
Р. Д. Алиакберов*, канд. техн. наук; **Р. Р. Гареев***; **Р. Т. Каримов***; **Н. Ю. Шувалов***;
А. В. Михайлов**, канд. техн. наук

* НПО “Государственный институт прикладной оптики”, г. Казань

** НПК “Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова”, Санкт-Петербург

В работе определены оптимальные режимы нанесения просветляющих покрытий на основе аморфного кремния и монооксида кремния для области спектра 2,5–3,5 мкм с минимальными потерями на поглощение, которые могут использоваться как для изготовления просветляющих покрытий, так и для изготовления интерференционных фильтров и зеркал.

Коды OCIS: 310.3840.

Поступила в редакцию 30.08.2007.

В науке и технике находят широкое применение приборы, работающие в ближней ИК области спектра 2,5–3,5 мкм. Отсюда возникает потребность в разработке просветляющих покрытий с малыми значениями остаточного отражения и поглощения оптическими элементами. Как известно [1], для большинства оптических покрытий, нанесенных при термическом испарении в вакууме, характерно изменение структуры пленок в сравнении с исходным испаряемым материалом. В общем случае пленки, изготовленные конденсацией в вакууме, являются гетерогенными системами, состоящими из двух фаз: матрицы испаряемого вещества и пор. Поры, представляющие собой пустоты, в условиях окружающей среды адсорбируют газы и пары атмосферной влаги, наличие которых существенно снижает прозрачность покрытий, особенно в данной области спектра, из-за сильного поглощения жидкой воды. Это обстоятельство существенно усложняет задачу создания интерференционных покрытий для области спектра, совпадающей с полосой поглощения воды. Решить эту проблему можно оптимизацией технологических режимов изготовления покрытий из пленкообразующих материалов с малым значением пористости, прозрачных в этой области спектра.

Целью данной работы является нахождение оптимальных режимов нанесения просветляющих покрытий на основе аморфного кремния (a-Si) и монооксида кремния (SiO) для области спектра 2,5–3,5 мкм с минимальными потерями на поглощение.

Интерес к аморфному кремнию как материалу с большим показателем преломления в средней ИК области спектра обусловлен его высокой прозрачностью, механической прочностью и химической устойчивостью. Оптические свойства слоев кремния, полученных испарением в вакууме, в зависи-

мости от условий конденсации довольно подробно изучались в [2]. В работе [3] рассмотрены вопросы практической реализации контрастных узкополосных фильтров для ближней ИК области спектра на основе кремния, а в качестве материала с малым показателем преломления использована двуокись кремния, причем резонансные слои выполнены из кремния. Показано, что изменения оптических параметров фильтра, связанные с последующим отжигом на воздухе, происходят за счет уменьшения пористости слоев из двуоксида кремния при незначительном изменении слоев кремния. Однако в этой статье недостаточно освещены количественные изменения пористости исследуемых материалов. В данной работе выбор материала (SiO) с малым показателем преломления продиктован, с одной стороны, малой пористостью слоев, с другой – оптимальным сочетанием показателей преломления используемых материалов для получения эффективного просветления в области спектра 2,5–3,5 мкм.

Рассмотрение кинетики процесса изменения оптических свойств пленок показывает, что они в значительной степени обусловлены структурными изменениями пленок. Оценить структурные изменения тонких пленок можно по сорбционной способности пленок в условиях окружающей среды. В случае наличия пор в пленках заполнение их атмосферной влагой приводит к возрастанию массы пленок, а также росту их показателя преломления и оптической толщины. Точное определение увеличения массы пленки осуществляется с помощью высокочувствительного кварцевого измерителя толщины, принцип действия которого основан на изменении собственной частоты колебаний кристаллов кварца при напылении на них тонких пленок. Так как величина сорбции атмосферной влаги самым тесным образом связана со структурой пленок, то для количественной оценки вводится понятие пористости (q)

как отношение объема сорбированных пленкой паров воды к общему объему пленки, включающему в себя матрицу основного материала и пары воды. Выражение для определения пористости пленок с помощью кварцевого измерителя толщины имеет следующий вид [4]:

$$q = \frac{\rho_m \Delta f_1}{\rho_1 \Delta f + \rho_m \Delta f_1},$$

где ρ_1 – плотность жидкой воды, заполняющей поры; ρ_m – плотность объемного материала пленки, Δf – сдвиг частоты колебаний кварцевого резонатора, Δf_1 – собственная частота колебаний кварцевого резонатора.

Нанесение тонких диэлектрических пленок осуществлялось на вакуумной установке ВАК-760 фирмы “Balzers. Толщина и скорость нанесения пленки, контролировались с помощью прецизионного кварцевого резонатора.

Кремний испарялся из охлаждаемого медного тигля электронно-лучевым испарителем мощностью 6 кВт. Моноокись кремния испарялась термическим испарителем из цилиндрической лодочки закрытого типа, изготовленной из молибдена.

На первом этапе эксперимента нами исследовалась зависимость пористости от скорости конденсации материалов (V). Выбор диапазона изменения скоростей конденсации тонких пленок определялся конструктивными параметрами вакуумной установки: расстоянием от испарителя до подложки, способом испарения каждого материала, соблюдением стехиометрии пленки по отношению к исходному испаряемому материалу, необходимостью исключения микродефектов. [4] Скорость конденсации варьировалась в пределах 10–70 Å/с, давление остаточных газов поддерживалось равным 1×10^{-5} Па, температура подложек была 25 °С. Результаты экспериментов приведены на рис. 1.

Как видно из зависимостей, для обоих материалов при определенных значениях скоростей конденсации характерно наличие минимума пористости. Для монооксида кремния минимум достигается при скорости 40 Å/с, а для кремния – 50 Å/с. Дальнейшее повышение скорости конденсации за счет повышения мощности, подводимой к испарителю, может привести к нарушению стехиометрии изготавливаемой пленки [5]. Это связано с ослаблением энергетических связей компонентов испаряемого материала и, следовательно, увеличением различия равновесных давлений их паров. Высокие скорости конденсации приводят к высоким пересыщениям, когда критическими зародышами пленки могут быть даже отдельные атомы материала [6].

Следующим экспериментом было исследование зависимости пористости от давления остаточных

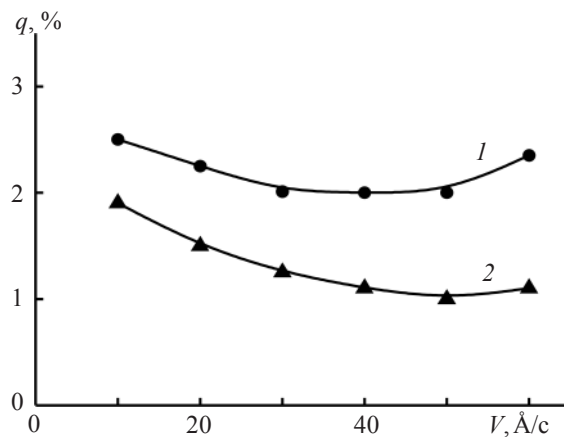


Рис. 1. Зависимости пористости от скорости конденсации материала. 1 – моноокись кремния, 2 – кремний.

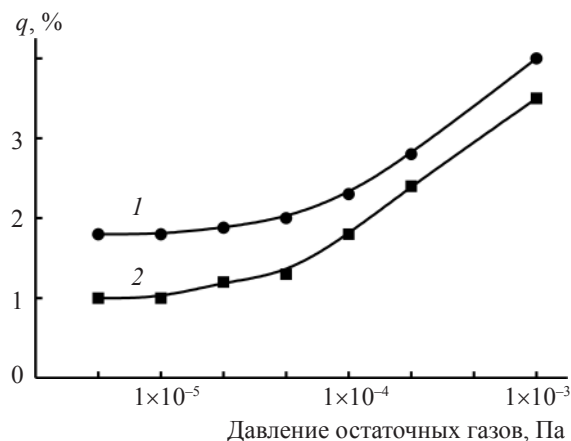


Рис. 2. Зависимости пористости от давления остаточных газов в подколпачном объеме. 1 – моноокись кремния, 2 – кремний.

газов в подколпачном объеме. Нанесение пленок проводилось при давлении остаточных газов от 1×10^{-3} до 1×10^{-5} Па, скорости конденсации SiO порядка 40 Å/с, а Si порядка 50 Å/с, температуре подложек 25 °С. Результаты экспериментов приведены на рис. 2. Как видно из графика, повышение давления остаточных газов приводит к резкому возрастанию пористости, вследствие образования более рыхлой структуры пленки. Следовательно, для исследуемых материалов давление остаточных газов в процессе нанесения пленок не должно быть выше 2×10^{-5} Па.

Следующим технологическим параметром, существенно влияющим на пористость пленок, является температура подложек. Установленные в результате экспериментов зависимости пористости тонких пленок от температуры подложек (рис. 3) показывают, что температура подложек в процессе

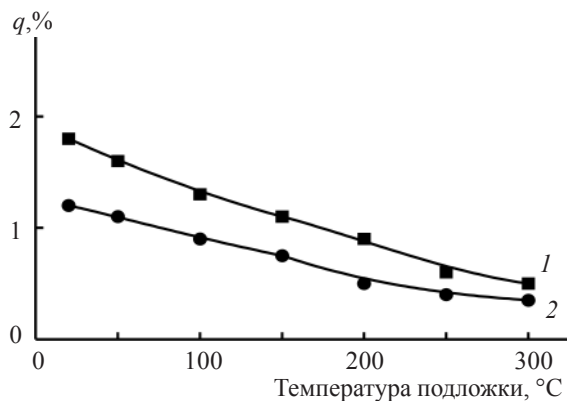


Рис. 3. Зависимости пористости от температуры подложки. 1 – монооксид кремния, 2 – кремний.

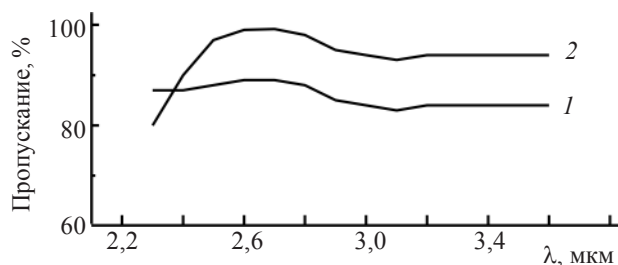


Рис. 4. Зависимости пропускания от длины волны. 1 – чистая пластина из кварцевого стекла КИ, 2 – кварцевая пластина, просветленная с двух сторон.

нанесения пленок играет первостепенную роль и в значительной степени влияет на их структуру и степень дефектности. Как видно из приведенных зависимостей, для Si и SiO пористость уменьшается с ростом температуры подложки. Известно, что при более высокой температуре подложки возрастает подвижность на ней атомов или молекул испаряемого материала, что в свою очередь приводит к более плотной упаковке кристаллитов (возрастание размеров кристаллитов, уменьшение поверхности границ) [4].

Исходя из полученных результатов, были выбраны оптимальные параметры нанесения покрытий для области спектра 2,5–3,5 мкм. Их синтез и оптимизация проводились путем расчета с использованием программ, разработанных на языке Visual Basic.

Разработанная конструкция просветляющего покрытия для оптических элементов с низким показателем преломления представляет собой четырехслойную систему неравнотолщинных чередующихся слоев кремния и монооксида кремния. Спектральная зависимость пропускания покрытия приведена на рис. 4.

Как видно из зависимости, поглощения воды в полосе 2,94 мкм не наблюдается, что говорит о малой пористости тонких пленок монооксида кремния и кремния.

После нанесения покрытия опытные экземпляры помещались в климатическую камеру и в течение 30 суток выдерживались при температуре 35 °C и относительной влажности 98%. Нарушений целостности и изменений оптических характеристик покрытий не наблюдалось. Кроме того, опытные образцы выдержали десять циклов термоциклирования с перепадом температур от –60 °C до +70 °C, а также термоудар ±60 °C. Созданные покрытия характеризуются нулевой группой механической устойчивости к жестким воздействиям окружающей среды.

Данные материалы (Si, SiO) могут использоваться в диапазоне 2,5–3,5 мкм как для изготовления просветляющих покрытий, так и интерференционных фильтров и зеркал.

ЛИТЕРАТУРА

1. Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехин В.И. Поры в твердом теле. М.: Энергоатомиздат, 1990.
2. Машин А.И., Еришов А.В., Хохлов Д.А. Влияние условий получения и отжига на оптические свойства аморфного кремния // ФТП. 1998. Т. 32. № 7. С. 879–881.
3. Гайнутдинов И.С., Несмелов Е.А., Алиакберов Р.Д., Михайлов А.В., Абзалова Г.И. Стабилизация оптических параметров фильтров на основе аморфного кремния // Оптический журнал. 2004. Т. 71. № 12. С. 48–53.
4. Панасенко Б.В. Исследование влияния сорбции атмосферной влаги на оптические свойства диэлектрических пленок и многослойных интерференционных систем // Диссертация канд. физ.-мат. наук. Казань, 1984. С. 45–144.
5. Франкомб М.Х., Джонсон Д.Е. Получение и свойства полупроводниковых пленок // Физика тонких пленок. М.: Мир, 1972. Т. 5. С. 140–244.
6. Риттер Э. Пленочные диэлектрические материалы для оптических применений // Физика тонких пленок. М.: Мир, 1978. Т. 8. С. 7–60.