

ПРОБЛЕМА СНИЖЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОТЕРЬ В ПЛЕНКАХ ФТОРИДОВ

© 2004 г. Е. Н. Котликов, доктор физ.-мат. наук; Е. В. Хонинева, канд. физ.-мат. наук; В. Н. Прокашев

Санкт-Петербургский государственный университет аэрокосмического приборостроения
E-mail: kotlikov@aanet.ru

Пленки фторидов (бария, кальция, стронция и свинца) склонны к кристаллизации при напылении. При оптической толщине более 3–5 мкм они становятся малопрозрачными в видимой части спектра из-за потерь на рассеивание. В настоящей работе проведено исследование оптических характеристик легированных пленок фторидов бария, кальция, свинца и показана возможность получения пленок, прозрачных в видимом и инфракрасном диапазонах спектра одновременно. На основе легированных пленок фторида бария были синтезированы, изготовлены и исследованы интерференционные покрытия, работающие в среднем инфракрасном и видимом диапазонах спектра. В качестве примера приведены покрытия, использующиеся в лазерных системах одновременно на длинах волн 10,6 и 0,63 мкм.

Коды OCIS: 240.0310.

Поступила в редакцию 05.12.2003.

Введение

Для реализации широкополосных интерференционных покрытий, работающих одновременно в видимой и инфракрасной (ИК) областях спектра, требуются прозрачные оптические пленки с различными коэффициентами преломления и малым поглощением. Перспективные для этого пленки фторидов бария, кальция, стронция, свинца при суммарных оптических толщинах более 3–5 мкм в многослойных покрытиях мало прозрачны в видимой части спектра из-за потерь на рассеивание.

Для получения пленок с заданными оптическими свойствами (например, показателем преломления) используют совместное напыление различных веществ [1, 2]. Изготовленные по такой технологии пленки часто обладают более высокими механическими и оптическими свойствами. Например, структурные исследования совместно напыленных пленок CeO_2 и CeF_3 показали, что они имеют более тонкую структуру, чем пленки отдельных компонентов смеси, и меньше рассеивают излучение видимого диапазона спектра. В работе [3] при изучении влияния легирующих добавок на структуру кристаллических вакуумных конденсатов установлено, что оптические свойства пленок BaF_2 и AlF_3 с легирующей добавкой MgF_2 сильно зависят от степени дефектности по фтору, а экспериментально определенная зависимость показателя преломления пленок смеси BaF_2 и MgF_2 от процентного соотношения испаряемых компонентов смеси имеет нелинейный характер.

В настоящей работе исследованы показатели преломления n и относительные плотности q легированных пленок BaF_2 , CaF_2 и PbF_2 при вариации концентрации и состава легирующих примесей. Измерения проводились в вакууме непосредствен-

но во время напыления, чтобы исключить влияние абсорбированной на воздухе воды. Также проводились исследования влияния легирующих добавок на напряжения в пленках и интерференционных покрытиях ИК диапазона спектра. Наиболее детально изучались свойства пленок фторида бария.

Методика измерения преломления и относительной плотности пленок

Для измерения коэффициента преломления использовалась разработанная нами методика, базирующаяся на измерении пропускания двухслойной пленки в вакууме сразу после напыления. В качестве первого слоя использовалась пленка с высоким показателем преломления, второго – исследуемая пленка фторида. Оптические толщины h напыленных слоев составляли величину $\lambda_0/4$, где $\lambda_0 = 0,8$ мкм. В качестве подложек использовался кварц КВ с $n_s = 1,46$. Коэффициент пропускания T однослойной пленки с показателем преломления n_H , большим показателя преломления подложки n_s , равен [4]

$$T_1 = 1 - R_1 = [(n_H^2 n_0 n_s) / (n_H^2 + n_0 n_s)]^2, \quad (1)$$

где R – коэффициент отражения, n_0 – показатель преломления обрамляющей среды (в общем случае $n_0 = 1$).

Коэффициент преломления пленки, соприкасающейся с подложкой, равен

$$n_H = [n_s(1 + R_1^{1/2}) / (1 - R_1^{1/2})]^{1/2}, \quad (2)$$

коэффициент отражения двухслойной пленки –

$$R_2 = [(n_H^2 n_0 - n_s n_L^2) / (n_H^2 n_0 + n_s n_L^2)]^2. \quad (3)$$

Из (3) следует, что коэффициент преломления второй пленки n_L равен

$$n_L = n_H [(1 - R_2^{1/2}) / ((n_S(1 + R_2^{1/2})))^{1/2} =$$

$$= [(1 - R_2^{1/2})(1 + R_1^{1/2}) / ((1 + R_2^{1/2})(1 - R_1^{1/2}))]^{1/2}. \quad (4)$$

Коэффициент отражения поверхности с показателем преломления n_S равен $R_0 = [(n_S - 1)/(n_S + 1)]^2 = 0,035$, откуда мы определяем коэффициент отражения поверхности, необходимый для определения коэффициента отражения поверхности с одной и двумя пленками:

$$R_1 = R_0 + \Delta R_1, \quad R_2 = R_0 + \Delta R_2, \quad (5)$$

где $\Delta R_1, \Delta R_2$ – изменение коэффициента отражения подложки после нанесения первого и второго слоя соответственно.

Пропускание определялось с помощью фотометрической системы контроля. Точность определения коэффициента пропускания подложки с нанесенными пленками $\delta T = \delta T_1 = \delta T_2$ была не хуже 0,5%. Расчеты показывают, что если показатель преломления первой пленки n_H лежит в пределах от 2,1 до 2,5, а второй пленки n_L – находится в пределах от 1,3 до 1,5, то при отсутствии поглощения в пленках погрешность его измерения δn_L равна $\pm 0,015$.

Таким образом, точность измерений показателя преломления данным методом высока и сравнима с точностью измерения показателей преломления другими методами (эллипсометрическими, спектрометрическими и т. д.).

Относительная плотность q определяется отношением плотности пленки ρ_f к плотности массивного образца ρ_m . Относительная плотность (коэффициент упаковки, коэффициент заполнения) связана с показателем преломления массивного образца n_m и пленки n_f соотношением [5]:

$$q = [(n_f^2 - 1)/(n_f^2 + 2)] [(n_m^2 + 2)/(n_m^2 - 1)]. \quad (6)$$

Исследование оптических свойств легированных пленок фторидов

Для напыления пленок и покрытий использовалась установка типа ВУ-1А и стандартная методика [5]. Во время напыления температура подложек t_S определялась термопарой, укрепленной на оправе, с точностью до $\pm 3^\circ\text{C}$. Для нагрева оправы и подложек использовалась стандартная система нагрева установки М55.3. Разброс температур, обусловленный периодическим включением системы нагрева, составлял $\pm 5^\circ\text{C}$, т. е. точность фиксации t_S во время напыления составляла $\pm 5^\circ\text{C}$. Контроль толщины напыляемых пленок осуществлялся фотометрической системой на длине волны 0,8 мкм.

В ходе изготовления пленок оценивался коэффициент их аккомодации (прилипания) по количеству

Таблица 1. Результаты измерения показателя преломления n_{BaF_2} и оптической плотности пленок q_{BaF_2} фторида бария, легированных фторидом магния, при температуре напыления 75°C

MgF ₂ , %	0	0,2	0,5	1	2	5
n_{BaF_2}	1,30	1,32	1,36	1,41	1,43	1,36
q_{BaF_2}	0,67	0,71	0,79	0,94	0,95	0,79

испаренного вещества и по скорости роста пленки при фиксированной мощности, рассеиваемой тиглем с напыляемым веществом. При определении показателей преломления фторидов в качестве первой пленки использовался ZnS или ZnSe, коэффициент прилипания которых практически не менялся во всем рассматриваемом диапазоне температур. Для чистых BaF₂, CaF₂ и PbF₂ коэффициент прилипания также оставался практически неизменным во всем диапазоне используемых температур.

Рассеивание одиночных пленок BaF₂ мало даже тогда, когда их толщины превышают несколько микрон. В то же время потери на рассеивание в покрытиях, состоящих из чередующихся слоев BaF₂ и вещества с высоким показателем преломления, в 5–20 раз выше, чем в одиночной пленке такой же толщины. В связи с этим мы исследовали не только одиночные пленки, но и интерференционные покрытия типа 7–11-слойных зеркал на длине волны $\lambda = 10,6$ мкм.

Ранее нами было установлено, что рассеивание пленок BaF₂ снижается при добавлении к нему некоторого количества другого фторида – MgF₂. Легирование пленок фторидов другими фторидами приводит к увеличению относительной плотности пленок. Результаты измерения показателя преломления и оптической плотности пленок BaF₂ при температуре напыления $+75^\circ\text{C}$ и различных концентрациях легирующей примеси MgF₂ приведены в табл. 1.

Рассеивание покрытий с легированными пленками исследовалось следующим образом. Изготавливались 11-слойные зеркала из пленок легированного BaF₂ и ZnS на длину волны 10,6 мкм, а затем определялись коэффициенты отражения R и пропускания T этих зеркал на длинах волн 0,63 мкм и отражения на 10,6 мкм. Для длины волны 0,63 мкм поглощение в пленках BaF₂ и ZnS мало [5] и все потери приписывались потерям на рассеивание, т. е. $A_{\text{рас}} = 1 - R - T$. Для этих зеркал с помощью импульсного СО₂-лазера определялся также порог разрушения. Результаты измерений для пленок BaF₂ с примесью MgF₂ от 0 до 2% приведены в табл. 2.

При добавлении фторида магния MgF₂ более 2% весовой концентрации рассеивание снижается в 5 раз и при дальнейшем увеличении концентрации практически не меняется. Меньшая добавка MgF₂

Таблица 2. Результаты исследований зеркал для CO_2 -лазера с пленками BaF_2 , легированными фторидом магния MgF_2

MgF_2 , %	0	0,3	1	2
$R_{10,6 \text{ мкм}}$	0,96	0,98	0,97	0,96
$R_{0,63 \text{ мкм}}$	0,28	0,21	0,45	0,14
$A_{\text{рас } 0,63 \text{ мкм}}$	0,19	0,07	0,04	0,04
Порог разрушения, Дж/см ²	6,5–7,4	8,8–9,6	8–8,2	8–9
$\lambda = 10,6 \text{ мкм}$, $\tau = 150 \text{ нс}$				

увеличивает рассеивание. Большая добавка MgF_2 , хотя и несколько снижая рассеивание, приводит к появлению дефектов пленок в виде островков на подложке, на которых пленка практически не растет. Диаметр очагов 0,1–0,3 мм, и их число растет при росте концентрации фторида магния. Коэффициент аккомодации снижается в 3–5 раз при использовании 2% примеси MgF_2 .

При дальнейшем увеличении процентного содержания MgF_2 в пленках BaF_2 напряжение в пленках достигает критического значения, и в результате покрытие разрушается. Зеркала с концентрацией фторида магния более 4% разрушались уже в процессе изготовления.

Такие же результаты получаются при добавлении CaF_2 . Однако границы его оптимальной концентрации несколько другие и составляют 3–7%, что, на наш взгляд, связано с меньшей упругостью паров CaF_2 при нагреве до температуры, при которой происходит испарение BaF_2 (давление паров MgF_2 и BaF_2 практически одинаковое при температуре, при которой происходит напыление пленок). Оптимальными концентрациями примесей к BaF_2 являются 1–2% для MgF_2 и 3–7% для CaF_2 .

Нами проводились исследования для другого перспективного в ИК диапазоне спектра материала – PbF_2 . Эксперименты показали, что оптимальной легирующей примесью для него является NaF . При концентрации NaF 0,2–0,4% в пленках PbF_2 и

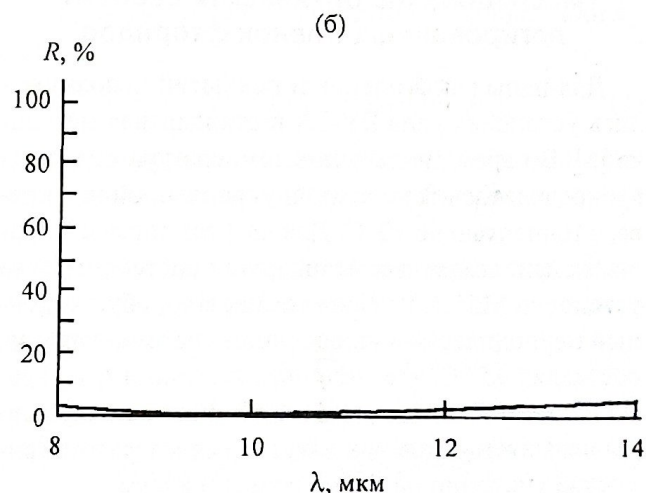
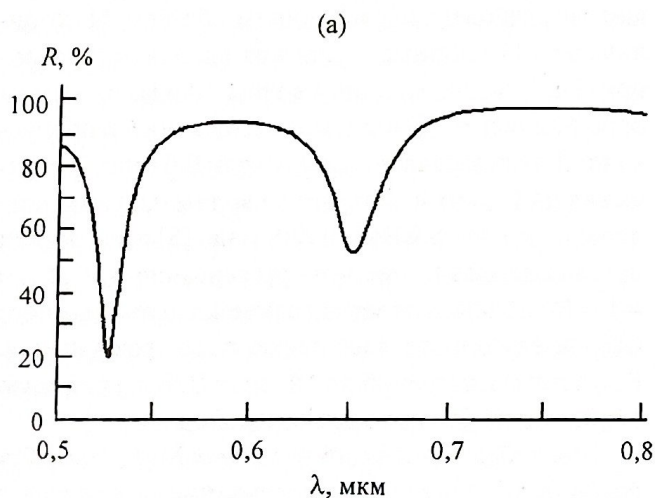
при любых комбинациях с другими высокопреломляющими веществами пленки PbF_2 мало рассеивают излучение видимого диапазона спектра. Так же как и в случае с пленками BaF_2 , с ростом легирующих примесей аккомодация пленок снижается, а напряжение в них растет.

Спектроразделительные покрытия для разделения видимого и инфракрасного излучений He–Ne- и CO_2 -лазеров

Одной из интересных задач, стоящих в лазерном приборостроении, является разделение (или сведение) лазерного излучения в видимой и ИК областях спектра. При наводке на мишень излучение мощного ИК лазера сопровождается пилотным излучением лазера в видимой области спектра. Чаще всего в качестве источника силового излучения выступает CO_2 -лазер, а в качестве источника пилотного – полупроводниковые или He–Ne-лазеры.

В общем виде задача формулируется следующим образом. На спектроразделительную пластинку под углом 45° падает неполяризованное (или поляризованное) излучение двух лазеров. После прохождения пластинки излучения двух лазеров сводятся в пространстве. Необходимым условием являются минимальные потери излучения для силового луча.

Рассмотрим некоторые варианты решения этой задачи на базе изложенного выше материала. В качестве одного из вариантов сведения неполяризованного излучения можно использовать базовую структуру типа $S(LH)^x$, где S – подложка из ZnSe ; L – слой из BaF_2 ; H – слой из ZnSe . Количество пар x и толщины слоев h подбирались в процессе синтеза. Программа синтеза и методика работы с ней подробно описаны в [6, 7]. Главным требованием при синтезе являлось нулевое отражение неполяризо-



Расчетные спектры отражения $R(\lambda)$ 12-слойного спектроразделительного покрытия на подложке из ZnSe для неполяризованных излучений He–Ne- (а) и CO_2 -лазеров (б). (Структура покрытия приведена в табл. 3.)

Таблица 3. Структура спектроделительного покрытия на подложке из ZnSe, разделяющего неполяризованные излучения He-Ne- и CO₂-лазеров

№ слоя	Материал	$h, \lambda/4$
1	BaF ₂	1,420
2	ZnSe	0,492
3	BaF ₂	0,760
4	ZnSe	0,576
5	BaF ₂	1,420
6	ZnSe	0,269
7	BaF ₂	1,420
8	ZnSe	0,681
9	BaF ₂	0,847
10	ZnSe	0,591
11	BaF ₂	0,733
12	ZnSe	0,600

ванного излучения CO₂-лазера (на длине волны 10,6 мкм) и максимальное (не менее 80%) для неполяризованного излучения He-Ne-лазера (на длине волны 0,63 мкм).

В качестве примера было синтезировано 12-слойное покрытие на подложке из ZnSe, структура которого приведена в табл. 3, а расчетный спектр – на рисунке. Из спектральных зависимостей коэффициента отражения покрытия видно, что на длине волны излучения CO₂-лазера коэффициент отражения составляет несколько процентов (рис. б), а для He-Ne-лазера – достигает 81% (рис. а).

Синтезированное покрытие теоретически удовлетворяет всем требованиям для сведения пилотно и силового излучения. Однако оно сложно в реализации при фотометрическом методе контроля. Поэтому нами были синтезированы и изготовлены спектроделительные покрытия, разделяющие излучения He-Ne- и CO₂-лазеров на подложках S из селенида цинка со структурой S(H₃L)⁴H, где L – слой из легированного BaF₂, H – слой из As₂S₃. Оптические толщины слоев h из As₂S₃ составляли $\lambda/4$, а слоев из BaF₂ – $3\lambda/4$, где $\lambda = 0,7$ мкм. Полученное покрытие

отражает неполяризованное излучение He-Ne-лазера и является просветляющим для излучения CO₂-лазера. Для угла падения 45° коэффициент отражения покрытия на длине волны 0,63 мкм был более 90%, а коэффициент пропускания для s-поляризованного излучения на длине волны 10,6 мкм – более 99%.

Заключение

Проведенные экспериментальные исследования показали, что пленки BaF₂, легированные CaF₂ или MgF₂, являются перспективными для изготовления интерференционных покрытий в широком спектральном диапазоне. На их основе были синтезированы и изготовлены спектроделительные покрытия, работающие в среднем инфракрасном и видимом диапазонах спектра одновременно.

ЛИТЕРАТУРА

1. Якобсон Р. Неоднородные и совместно напыленные однородные пленки для оптических применений // Физика тонких пленок. М.: Мир, 1978. Т. 8. С. 61–105.
2. Валидов М.А., Иванов В.А., Ахмадеев М.Х. Авт. свид. № 268622 // Бюл. изобр. 1970. № 14.
3. Голота А.Ф., Лиманская Л.В., Подколзина Т.М., Хубиева З.К. Влияние легирующих добавок на структуру кристаллических вакуумных конденсатов // Тез. докл. VII Всесоюз. совещания “Кристаллические оптические материалы”. Л.: ГОИ, 1986. С. 359–362.
4. Бернинг П.Х. Теория и методы расчета оптических свойств тонких пленок // Физика тонких пленок. Т. 1. М.: Мир, 1967. С. 91–151.
5. Риттер Э. Пленочные диэлектрические материалы для оптических применений // Физика тонких пленок. М.: Мир, 1978. Т. 8. С. 7–60.
6. Kotlikov E., Khonineva E. Broadband spectrum selective coatings for laser systems // Proc. SPIE. 1999. V. 3682. P. 196–200.
7. Котликов Е.Н., Прокашев В.Н., Хонинева Е.В., Хонинев А.Н. Синтез светоделительных покрытий // Оптический журнал. 2001. Т. 68. № 8. С. 49–54.