

УДК 539.23

# Оптические и эксплуатационные характеристики алмазоподобных пленок, осажденных из ионного пучка источника с эффектом Холла

© 2018 г. **А. Н. БАРАНОВ\***, АСПИРАНТ; **А. В. МИХАЙЛОВ\*\***, КАНД. ТЕХН. НАУК

\*Университет ИТМО, Санкт-Петербург

\*\*АО «Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова», Санкт-Петербург

E-mail: a.n.baranov@hotmail.com

Поступила в редакцию 27.11.2017

Представлены данные об алмазоподобных углеродных пленках, полученных осаждением из ионного пучка, образованного источником с эффектом Холла. Определены зависимости скорости осаждения пленок от анодного напряжения и тока источника. Найдены диапазоны значений тока анода, оптимальные для синтеза просветляющих однослойных покрытий на оптических элементах из германия и кремния. Показано, что осажденные на обе стороны элемента из германия алмазоподобные углеродные пленки обеспечивают при высокой механической прочности максимальный коэффициент пропускания 99,6% в диапазоне длин волн 3–5 мкм.

**Ключевые слова:** оптические покрытия, оптические характеристики, эксплуатационные характеристики, алмазоподобные пленки.

**Коды OCIS:** 310.1860, 310.1210, 160.4760

## ВВЕДЕНИЕ

Аморфные гидрогенизированные углеродные пленки ( $\alpha$ -C:H) характеризуются уникальной комбинацией свойств — прозрачностью в инфракрасной (ИК) области спектра, высокой механической твердостью, низким коэффициентом трения и химической инертностью. Из-за наличия в пленках  $sp^3$ -координированных связей их часто называют алмазоподобными углеродными (алмазоподобные углеродные — diamond-like carbon (DLC)) пленками. Большое количество работ посвящено описанию методов осаждения DLC пленок на подложку и исследованию их свойств [например 1–2]. Среди основных методов нанесения таких пленок стоит выделить дуговое вакуумное катодное распыление графита и химическое осаждение газообразных и жидких углеродосодержащих веществ.

Все чаще интерес привлекает прямое осаждение аморфных гидрогенизированных углеродных пленок из ионного пучка [1, 3]. Преимущество этого метода — в возможности управлять ионным током и энергией ионов, которые определяют основные свойства пленок. Для получения твердых DLC пленок с высоким показателем преломления энергия ионов должна быть не более 300 эВ, ионный

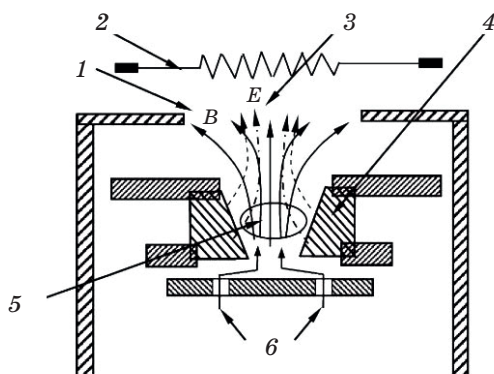
ток более 0,5–1 А [3–4]. Этим условиям хорошо соответствует ионный источник с эффектом Холла: средняя энергия ионов в источнике изменяется от 25 до 200 эВ, а ионный ток — до 5 А [5].

В источниках типа торцевого холловского ускорителя ионизация атомов или молекул подаваемого вещества осуществляется в скрещенных электрическом и магнитном полях (рис. 1). Источником электронов является термокатод. Образовавшиеся ионы ускоряются вдоль оси источника в направлении термокатада и создают ионный пучок. В силу того, что области генерации и ускорения ионов совмещены, ионный пучок является скомпенсированным.

В настоящей работе будут представлены данные о получении DLC пленок из ионного пучка, образованного источником с эффектом Холла, для их использования в качестве просветляющих покрытий на оптических элементах (ОЭ) из германия в спектральной области от 3 до 5 мкм.

## ЭКСПЕРИМЕНТ

Для осаждения аморфных гидрогенизированных углеродных пленок использовался ионный источник с эффектом Холла, схематичное изображение



**Рис. 1.** Схема ионного источника типа торцевого холловского ускорителя. 1 — линии магнитного поля ( $B$ ), 2 — катод, 3 — линии электрического поля ( $E$ ), 4 — анод, 5 — зона разряда, 6 — подача газа.

которого представлено на рис. 1. В качестве реактивного газа был выбран метан с чистотой 99,99%. До начала осаждения вакуумная камера откачивалась турбомолекулярным и пластинчато-роторным насосами до давления не выше  $8 \times 10^{-4}$  Па. Крепление ОЭ внутри камеры позволяло изменять расстояние от их поверхностей до ионного источника.

Алмазоподобные углеродные пленки наносились на предварительно очищенные этиловым осушенным спиртом подложки из германия диаметром 30 и толщиной 1 мм. С целью оценки оптических постоянных слоев в видимом диапазоне спектра в нескольких экспериментах осаждение дополнительно проводилось на подложки из кварцевого стекла марки КИ диаметром 25 и толщиной 2 мм.

Спектральные коэффициенты пропускания и отражения образцов покрытий в области частот  $1000\text{--}3500\text{ см}^{-1}$  получены с помощью ИК фурье-спектрометра *Vertex 80* (*Bruker Corporation*, США), погрешность измерения энергетического коэффициента пропускания не более 0,1%. Для измерений в области длин волн  $0,4\text{--}2,4\text{ мкм}$  был использован спектрофотометр *Photon RT* (ООО «ЭссентОптикс», Республика Беларусь), фотометрическая точность  $\pm 0,003$  единиц оптической плотности (при оптической плотности эталона, равной 1, в соответствии с NIST SRM 930e). Механическая прочность пленок оценивалась по их стойкости к истиранию обернутым батистовой тканью резиновым наконечником на приборе СМ-55 согласно ОСТ 3-1901-95.

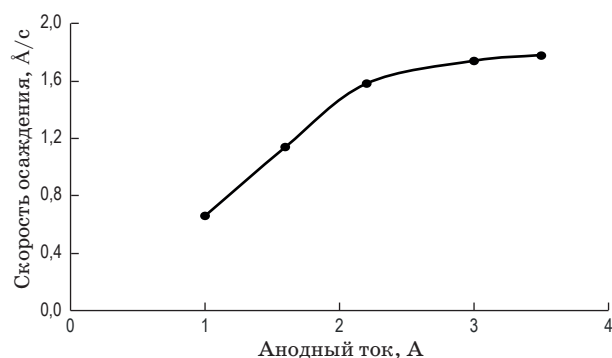
## РЕЗУЛЬТАТЫ

Все полученные пленки характеризуются равномерностью окраски, что говорит о равномерности их толщины по площади ОЭ. На пленках не наблюдаются крупные дефекты или шелушения.

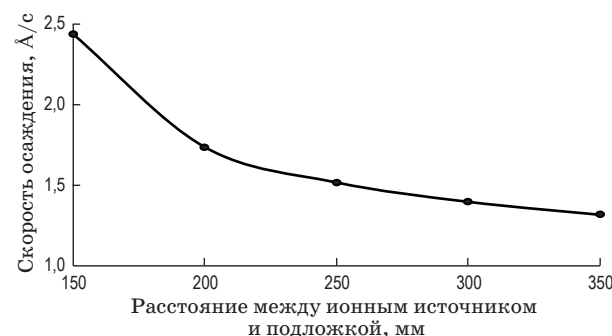
Скорость осаждения DLC пленок из ионного пучка по данным эксперимента наиболее сильно

зависит от расстояния между ионным источником и поверхностью ОЭ и от анодного тока. Кроме этого скорость осаждения слоя определяется балансом процессов, способствующих осаждению и травлению. При анодном токе ниже 2,5 А процесс осаждения происходит интенсивнее процесса травления, что приводит к почти линейному росту скорости осаждения DLC пленки (рис. 2). Однако при анодном токе выше 2,5 А растущая пленка подвергается значительной ионной бомбардировке и скорости осаждения и травления становятся близкими по значению. Сокращение расстояния между подложкой и ионным источником приводит к увеличению скорости осаждения DLC пленок (рис. 3).

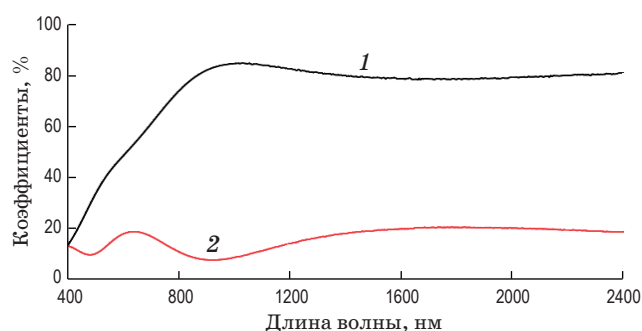
Энергетический спектр пропускания указывает на большое поглощение изготовленных DLC пленок в видимой области спектра (рис. 4). В ИК области они прозрачны и могут использоваться в качестве просветляющих покрытий. Материалы ОЭ, широко используемые в ИК технике, обладают, как правило, высоким показателем преломления и, соответственно, большими френелевскими потерями на отражение. Известно [6], что простым решением является однослойное покрытие с показателем преломления слоя, равным  $n = \sqrt{n_s}$ , где  $n$  — показатель преломления слоя,  $n_s$  — показатель преломления подложки. Изменение анодного тока ионного источника при осаждении DLC пленок влияет на показатель их преломления



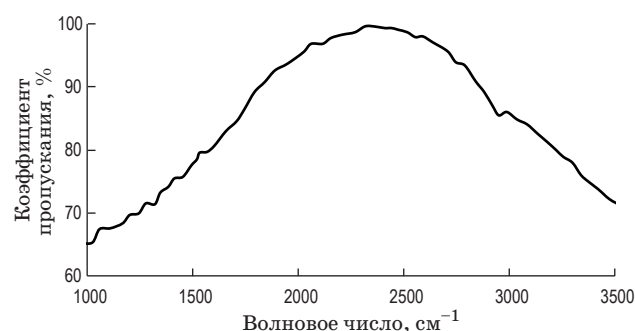
**Рис. 2.** Скорость осаждения как функция анодного напряжения.



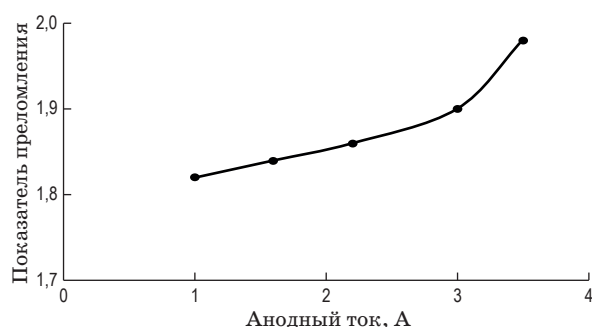
**Рис. 3.** Скорость осаждения как функция расстояния от ионного источника до подложки.



**Рис. 4.** Спектральные коэффициенты пропускания (1) и отражения (2) DLC пленки толщиной 246 нм на кварцевом стекле.



**Рис. 6.** Спектральный коэффициент пропускания подложки из германия, просветленной с двух сторон DLC пленками.



**Рис. 5.** Показатель преломления слоя как функция анодного тока.

(рис. 5). Исходя из формулы и графика, можно видеть, что диапазон значений анодного тока от 3,5 до 4 А представляется наиболее интересным для задачи однослойного просветления ОЭ из германия, а диапазон от 1,6 до 2 А — кремния.

Для оценки эффективности просветления и проверки эксплуатационных характеристик покрытий на ОЭ из германия с обеих сторон были осаждены DLC пленки толщиной 530 нм при анодном напряжении 200 В и токе анода 3,5 А. Время нанесения каждого слоя 50 мин. Энергетический спектр пропускания просветленного ОЭ имеет максимум 99,6% на частоте  $2268 \text{ см}^{-1}$  (рис. 6), близкий к идеальному — 100%. Покрытие выдержало не менее 3000 оборотов при истирании

на приборе СМ-55, что позволяет отнести его к нулевой группе механической прочности по ОСТ 3-1901-95. Исследование методом отрыва липкой ленты показало хорошую адгезию всех осажденных DLC пленок к подложкам как из германия, так из кварцевого стекла марки КИ.

## ВЫВОДЫ

Источники типа торцевого холловского ускорителя используются для создания интенсивных низкоэнергетических потоков ионов в вакууме. В работе показано, что при использовании в ионном источнике метана в качестве рабочего газа происходит осаждение алмазоподобных углеродных пленок. Принципиально вместо метана может быть использован и другой углеродосодержащий газ, например, ацетилен.

Свойства получаемых пленок зависят от выбранного режима работы источника — анодного напряжения и тока. Для решения задачи просветления оптических элементов из германия оптимальным является анодный ток ионного источника в диапазоне (3,5–4) А — он обеспечивает скорость более  $1,7 \text{ Å/с}$  и показатель преломления DLC пленок 1,95–2. Исследование эксплуатационных характеристик полученных пленок показало их высокую механическую прочность и адгезию к подложке.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Robertson J. Diamond-like amorphous carbon // Mater. Sci. Eng. R Reports. 2002. V. 37. № 4–6. P. 129–281.
2. Bewilogua K., Hofmann D. History of diamond-like carbon films — From first experiments to worldwide applications // Surf. Coatings Technol. 2014. V. 242. P. 214–225.
3. Shabalin A., Amann M., Kishinevsky M., Nauman K., Quinn C. Industrial ion sources and their application for DLC coating // SVC — 42<sup>nd</sup> Annual Technical Conf. Proc. Chicago, Illinois, 1999.
4. Sattel S., Gießen T., Roth H., Scheib M., Samlenski R., Brenn R., Ehrhardt H., Robertson J. Temperature dependence of formation of highly tetrahedral  $\alpha\text{-C:H}$  // Diamond and Related Materials. 1996. V. 5. P. 425–428.
5. Kaufman H.R., Robinson R.S., Seddon R.I. End-Hall ion source // J. Vac. Sci. Technol. A. 1987. V. 5. P. 2081–2084.
6. Macleod H. Thin-film optical filters. 4<sup>th</sup> Ed. Boca Raton, FL: CRC Press, 2010. 800 p.