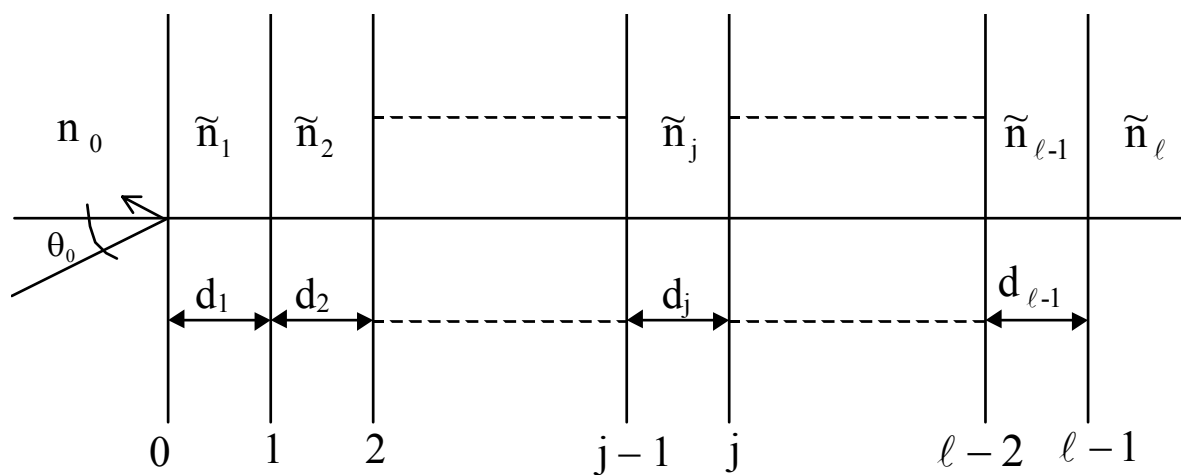


Андреев С.В., Губанова Л.А., Путилин Э.С.

Методические указания к лабораторному практикуму  
по курсу

## «Оптические покрытия»



Санкт-Петербург  
2006

Министерство образования и науки Российской Федерации

Федеральное агентство по образованию

Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики.

Андреев С.В., Губанова Л.А., Путилин Э.С.

**Методические указания к лабораторному практикуму по курсу**

**«Оптические покрытия»**



**Санкт-Петербург  
2006**

УДК 29.33.39

Андреев С.В., Губанова Л.А., Путилин Э.С.

Оптические покрытия. Учебное пособие по курсу «Оптические покрытия». СПб:СПбГУИТМО, 2006

Методические пособия к лабораторному практикуму по курсу «Оптические покрытия» содержит методы определения оптических постоянных металлических и диэлектрических слоёв, а также влияние на них технологических факторов, определяемых условиями осаждения слоёв, в частности чистоты исходных материалов, скорости испарения и угла поступления паров на поверхность подложки, температуры подложки. Кроме того, в работе содержится описание методов измерения оптических параметров тонких слоёв, как в процессе осаждения, так и в процессе эксплуатации.

Пособие может быть полезно при изучении курсов «Оптические покрытия», «Оптические материалы и технология их обработки».

Пособие предназначено для студентов оптических и оптико-электронных специальностей приборостроительных вузов.

Допущено УМО по оптическому и приборостроительному образованию для студентов высших учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки бакалавров и магистров 200200 «Оптотехника», дипломированных специалистов 654000 «Оптотехника»; специальностям 200201 «Оптико-электронные приборы и системы», в качестве учебного пособия для студентов, обучающихся по направлению подготовки бакалавров и магистров 200200 «Оптотехника», дипломированных специалистов 654000 «Оптотехника»; специальностям 200201 «Оптико-электронные приборы и системы», 200204 «Оптические технологии и материалы», решение .....

© Санкт-Петербургский  
государственный университет  
информационных технологий,  
механики и оптики, 2006

© Андреев С.В., Губанова Л.А., Э.С.Путилин,  
2006

СОДЕРЖАНИЕ	стр.
ВЕДЕНИЕ .....	6
РАЗДЕЛ 1. Влияние технологических факторов на оптические постоянные металлов .....	7
1.1. Оптические постоянные металлов .....	7
1.2. Влияние технологических факторов на оптические характеристики тонких металлических пленок .....	14
1.2.1. Зависимость коэффициента отражения от чистоты алюминия .....	14
1.2.2. Скорость испарения и старение .....	15
1.2.3. Температура подложки .....	19
1.2.4. Влияние неровностей поверхности .....	22
1.2.5. Влияние угла поступления паров .....	23
1.2.6. Адгезия металлов к подложкам .....	24
РАЗДЕЛ 2. Определение оптических постоянных металлических слоев и расчет интерференционных систем содержащих слои металлов .....	26
2.1. Расчет оптических характеристик тонкопленочных систем содержащих слои металлов .....	26
2.2. Методы контроля оптических постоянных и толщины пленок во время осаждения слоя .....	35
2.2.1. Рентгенографические методы .....	35
2.2.2. Радиочастотный метод контроля толщины слоя .....	37
2.2.3. Фотометрические методы контроля .....	37
2.2.4. Обработка фотометрического сигнала с использованием производной по толщине и оценка точности контроля .....	41
2.2.5. Контроль оптических параметров слоя во время осаждения пленки в вакууме .....	47
2.3. Методы измерения оптических параметров ( $n$ , $k$ , $d$ ) тонких пленок .....	56
2.3.1. Измерения при нормальном падении света .....	56
2.3.2. Фотометрические и интерферометрические измерения .....	58
2.3.3. Эллипсометрические измерения .....	59
2.3.3.1. Оптимальные условия эллипсометрических измерений...	63
2.3.3.2. Методы точного решения .....	63
2.3.3.3. Идеальная граница между полубесконечными средами .....	65
2.3.3.4. Однородный изотропный слой на изотропной подложке .....	66
2.3.3.5. Аналитическое решение обратной эллипсометрической задачи для однослойной системы .....	69
2.3.3.6. Теоретические и методические основы проведения эллипсометрических измерений на ЛЭФ-3М .....	72
2.3.4. Методы, основанные на измерении разности фаз поляризованных компонент, возникающей при отражении ..	74

	стр.
РАЗДЕЛ 3. Постановка эксперимента при исследовании тонких пленок металлов .....	77
3.1. Оценка величины погрешности при проведении экспериментальных исследований .....	77
3.2. Технологические подходы при проведении исследований тонких пленок металлов .....	79
3.2.1. Никель .....	79
3.2.2. Медь .....	80
3.2.3. Алюминий .....	81
3.2.4. Хром .....	82
3.2.5. Серебро .....	83
РАЗДЕЛ 4. Оптические свойства металлических пленок при различных технологических параметрах .....	84
4.1. Никель .....	84
4.2. Медь .....	86
4.3. Алюминий .....	88
4.4. Хром .....	90
4.5. Серебро .....	92
РАЗДЕЛ 5. Лабораторный практикум .....	95
Лабораторная работа №1. Определение показателя преломления и толщины диэлектрических интерференционных покрытий .....	95
Лабораторная работа №2. Определение оптических постоянных тонких пленок металлов по спектрофотометрическим измерениям и толщине .....	97
Лабораторная работа №3. Исследование тонких пленок металлов. Зависимость оптических постоянных от толщины и скорости осаждения .....	98
Лабораторная работа №4. Сравнительное исследование оптических характеристик пленок двух металлов .....	101
Лабораторная работа №5. Исследование оптических постоянных покрытий из смесей металла с диэлектриком .....	102
Лабораторная работа №6. Исследование зависимости скорости осаждения и оптических постоянных металлов от тока эмиссии электронно-лучевого или тока накала резистивного испарителей .....	104
Лабораторная работа №7. Создание покрытий с переменными оптическими постоянными по толщине .....	106
Приложение 1. Программа расчета оптических характеристик многослойных интерференционных систем .....	108
Приложение 2. Пример расчета трехслойного интерференционного покрытия в Microsoft Excel .....	114
Приложение 3. Методика определения нулевых положений эллипсометра ЛЭФ-3М .....	117

	стр.
Приложение 4. Краткий типовой технологический процесс нанесения металлических покрытий .....	119
Приложение 5. Оптические характеристики тонких пленок металлов ....	122
Приложение 6. Температура испарения и скорость осаждения металлов .	134
Приложение 7. Расчет оптических постоянных керметных пленок .....	136
Приложение 8. Проведение измерений на ЛЭФ-3М с приставкой автоматического определения эллипсометрических параметров исследуемых покрытий .....	138
Приложение 9. Пример программ для определения оптических постоянных слоя по спектрофотометрическим измерениям .....	140
ЛИТЕРАТУРА .....	144

## ВВЕДЕНИЕ

На характеристики ряда оптических элементов, в состав которых входят интерференционные покрытия, включающие в себя слой металла, оказывают значительное влияние параметры тонких металлических слоев (показатель преломления, главный показатель поглощения и толщина). К этой группе оптических элементов относятся: зеркала, как металлические, так и металлodieлектрические, ослабляющие светофильтры для широкого спектрального диапазона, градиентные ослабители (оттенители) и металлodieлектрические узкополосные светофильтры. Этот тип светофильтров обладает рядом достоинств по сравнению с другими: широкая полоса гашения в нерабочей зоне спектра, относительная простота в изготовлении, возможность получения светофильтров для ультрафиолетовой области спектра. На характеристики каждого из перечисленных элементов (пропускание, отражение) в той или иной степени влияют оптические параметры металлических слоев, которые в свою очередь зависят не только от чистоты осаждаемого материала, но и от условий формирования покрытия.

Наиболее существенное влияние параметры металлических слоев оказывают на характеристики металлodieлектрических светофильтров, т. е. фильтров сформированных из тонких слоев металла (алюминий, серебро) и диэлектрика. Пропускание в максимуме, степень гашения в нерабочей области (фон) и полуширина этих фильтров определяются не только оптическими параметрами диэлектрика и металла, но и скачком фаз на границе раздела — металл–диэлектрик. Этот скачок определяется значением показателя преломления диэлектрика и оптическими постоянными металлических слоев. Оценка значения этих величин и определение их связи с характеристиками технологического процесса позволят получить светофильтры с характеристиками, близкими к теоретическим.

Зависимость оптических постоянных металлических слоев от толщины оказывает существенное влияние на распределение коэффициента пропускания градиентных ослабителей (оттенителей), используемых в телевизионных камерах, работающих в условиях значительного перепада освещенности. Знание истинного значения этого распределения позволит улучшить надежность и качество объективов, обеспечивающих работу камер слежения.

Настоящее пособие посвящено: 1) систематическому анализу данных в области исследования оптических покрытий на основе металлов; 2) рассмотрению математических зависимостей оптических характеристик (коэффициенты пропускания и отражения) многослойных интерференционных покрытий содержащих поглощающие слои (слои металлов) от параметров слоев (показатель преломления, главный показатель поглощения и толщина); 3) методике определения оптических

постоянных металлических слоев; 4) рассмотрению технологических особенностей нанесения металлических покрытий.

## **РАЗДЕЛ 1. Влияние технологических факторов на оптические постоянные металлов**

### ***1.1. Оптические постоянные металлов***

При расчете оптических покрытий на основе металлов возникает вопрос, какие справочные данные по оптическим постоянным металлов использовать и насколько они являются достоверными.

Так на рисунках 1.1–1.5 приведены оптические постоянные серебра, меди, золота и алюминия, соответственно, по данным авторов. Из этих зависимостей видны значительные расхождения в значениях показателя преломления и главного показателя поглощения. Хотя у алюминия эти расхождения не так заметны, как у других приведенных металлов (рис. 1.4) при увеличении масштаба (рис. 1.5) видно, что оптические постоянные отличаются друг от друга. Это может быть связано с различными причинами, такими, например как способы и условия получения покрытий, а также и с методами определения оптических постоянных разными авторами.

Но, к сожалению, не у всех авторов приводятся или приводятся не полностью условия изготовления покрытий и методы определения их оптических постоянных. Приведем эти данные для некоторых зависимостей оптических постоянных указанных металлов. Для оптических постоянных серебра приведенных на рис. 1.1 кривая 3, меди на рис. 1.2 кривая 6, золота на рис. 1.3 кривая 7 и алюминия на рис. 1.5 кривая 1 [1,2] осаждение слоев проводилось резистивным методом на гипотенузную грань прямоугольной призмы со скоростью  $\approx 3$  нм/с при давлении в вакуумной камере  $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$  Па. Толщина покрытий контролировалась по весу с погрешностью  $\pm 5$  нм, последующий отжиг проводился за 30 часов с дискретным повышением температуры на  $20^\circ\text{C}$  в час и давлении  $\sim 1,3 \cdot 10^{-4}$  Па. Но для определения показателя преломления покрытия изготавливались толщиной 150 – 200 нм, а для определения главного показателя поглощения толщиной  $\sim 50$  нм. Для серебра на рис. 1.1 кривая 1 и золота рис. 1.3 кривая 2 образцы после напыления были отожжены и выдержаны в вакууме при давлении  $< 1,3 \cdot 10^{-7}$  Па. Оптические постоянные определялись по измерениям коэффициента отражения методом Крамерса–Кронига (относительная погрешность измерений  $\Delta R/R = \pm 0,03$ ).

Оптические постоянные алюминия (кривая 1 рис. 1.5) по работам [3] и [4] совпадают с данными [1, 2], но из условий изготовления указывается только, что осаждение проводилось скоростью  $\approx 3$  нм/с при давлении в вакуумной камере  $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$  Па и чистота алюминия составляла 99,99 %. Для кривой 2 рис. 1.5 известно, что покрытия изготавливались

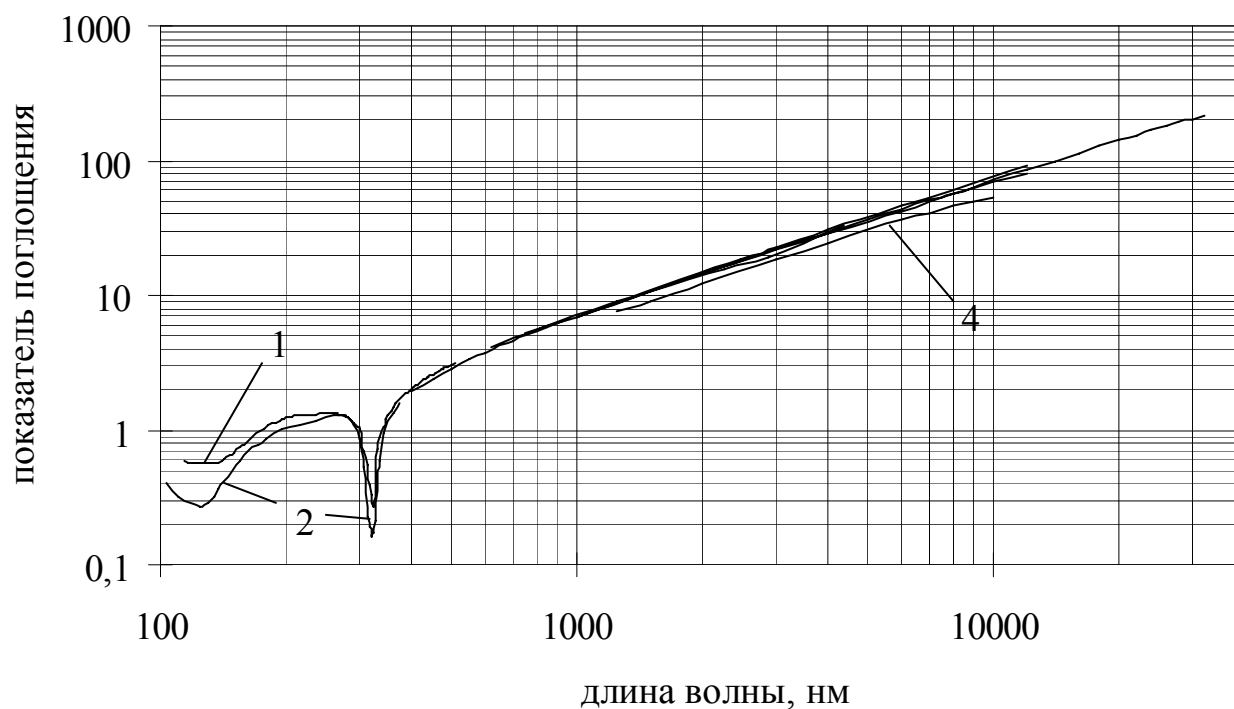
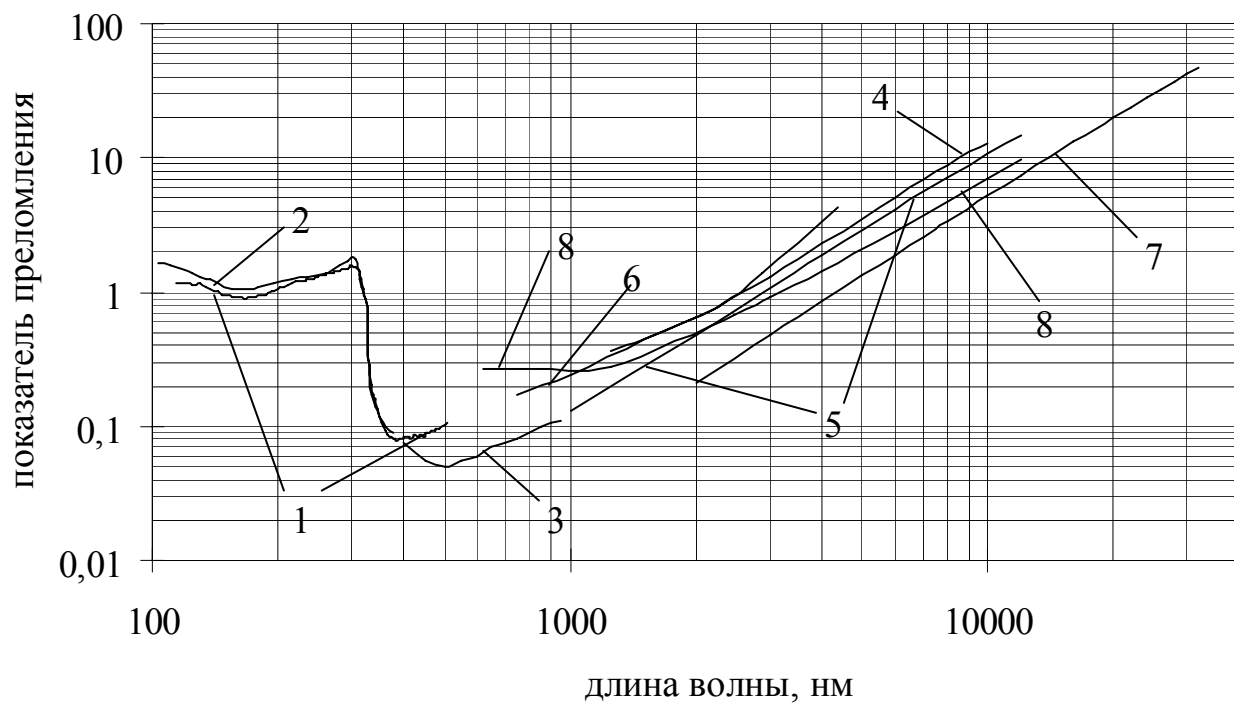


резистивным методом при давлении в вакуумной камере  $\sim 2,6 \cdot 10^{-3}$  Па с максимально большой скоростью осаждения и чистота алюминия 99,999 % [5]. Оптические постоянные определялись по данным поляриметрических измерений, и погрешность определения для показателя преломления не превышала 4%, а для главного показателя поглощения 3%.

При изготовлении частично прозрачных металлических покрытий необходимо рассчитать их оптические свойства. Для этого надо точно знать оптические постоянные металлов. Так при расчетах частично прозрачных покрытий серебра на длине волны  $\lambda = 2000$  нм по данным рис. 1.1 кривая 4 ( $n = 0,65$ ;  $k = 12,2$ ) и кривая 5 ( $n = 0,48$ ;  $k = 14,4$ ) возможно получение различных значений коэффициентов отражения  $R$  и пропускания  $T$  при одинаковой толщине слоя. При толщине слоя серебра  $d = 20$  нм возможно получение  $R = 90,97 \div 95,50$  % и  $T = 5,09 \div 2,53$  % , при толщине 15 нм  $R = 85,91 \div 92,60$  % и  $T = 9,25 \div 4,87$  % и при толщине 10 нм  $R = 74,91 \div 85,54$  % и  $T = 19,09 \div 10,89$  %. Это приводит к затруднениям при расчетах металлических светоделителей и тем более металлodieлектрических систем.

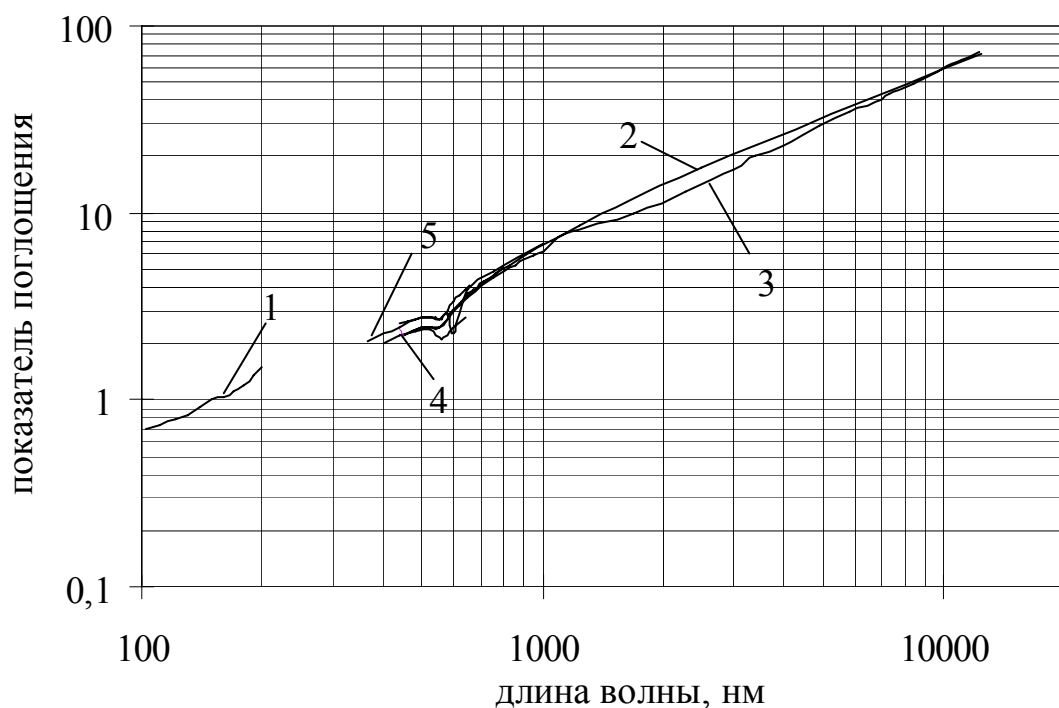
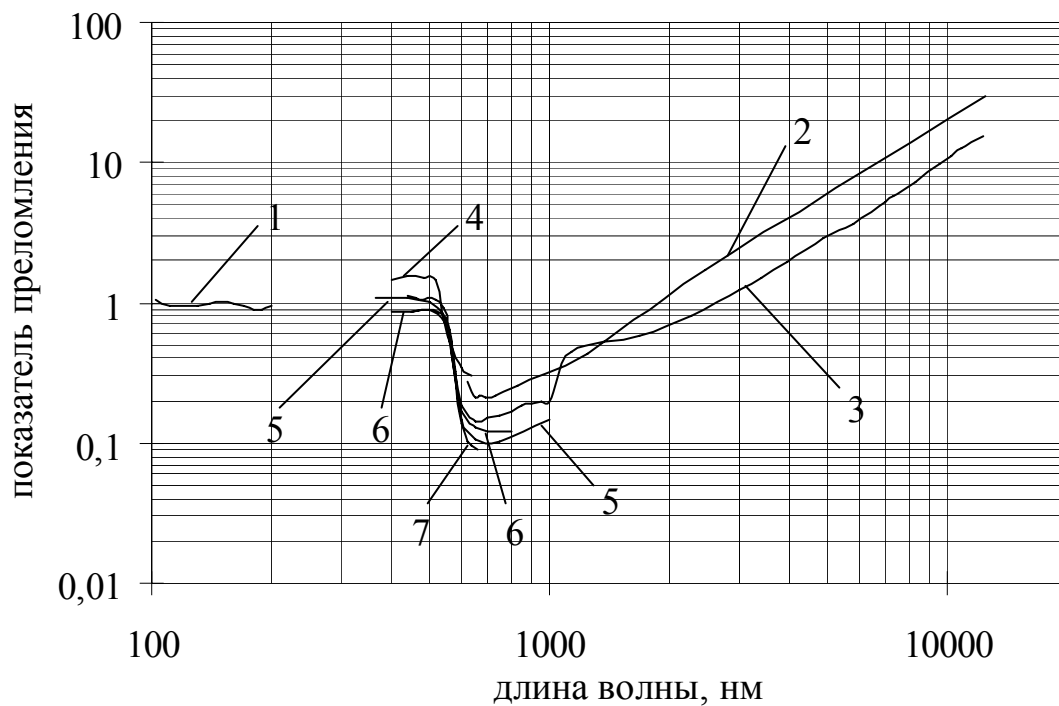
На рисунке 1.6а приведены расчетные спектральные характеристики металлodieлектрического фильтра  $Ag(7\text{нм})-SiO_2-(560\text{нм})-Ag(7\text{нм})$  на подложке из стекла марки К8 при использовании оптических постоянных серебра  $n=0,48$ ;  $k=14,4$  (кривая 1) и  $n=0,65$ ;  $k=12,2$  (кривые 2 – 4). Расчет проводился в предположении, что контроль осаждения может проводиться тремя методами: 1) по контролю толщины (кривая 2) (контроль по массе); 2) по контролю коэффициента пропускания (кривая 3); 3) по контролю коэффициента отражения (кривая 4). При контроле процесса осаждения по изменению коэффициентов отражения и пропускания нельзя получить требуемые значения окончания осаждения последнего слоя серебра, поскольку экстремум наступает раньше, и приходится заканчивать осаждение на экстремуме, но эти методы позволяют выдержать оптическую толщину разделительного слоя диэлектрика. Хотя заканчивать осаждение разделительного слоя необходимо не по второму экстремуму, а при том же значении коэффициента пропускания или отражения (рис. 1.6б). Но это справедливо для симметричной системы. Из приведенных спектральных характеристик видно, что наиболее схожая характеристика фильтра получается при контроле осаждения по коэффициенту отражения (кривая 4), но максимум пропускания на 12% ниже расчетного значения (кривая 1).

Для определения влияния технологических факторов на оптические постоянные тонких металлических покрытий, достаточно рассмотреть их влияние на коэффициент отражения металлических покрытий. Далее рассмотрим это влияние на примере пленок алюминия.



- |                      |                                 |
|----------------------|---------------------------------|
| 1– напыленное [6]    | 5– напыленное [10, 11]          |
| 2– массив [7, 8]     | 6– химически осажденное [8, 12] |
| 3– напыленное [1, 2] | 7– [8, 13]                      |
| 4– напыленное [8, 9] | 8– [8, 14]                      |

Рис. 1.1. Оптические постоянные серебра.



1– напыленная [8, 15, 16]

2– [8, 14]

3– напыленная [8, 11, 17]

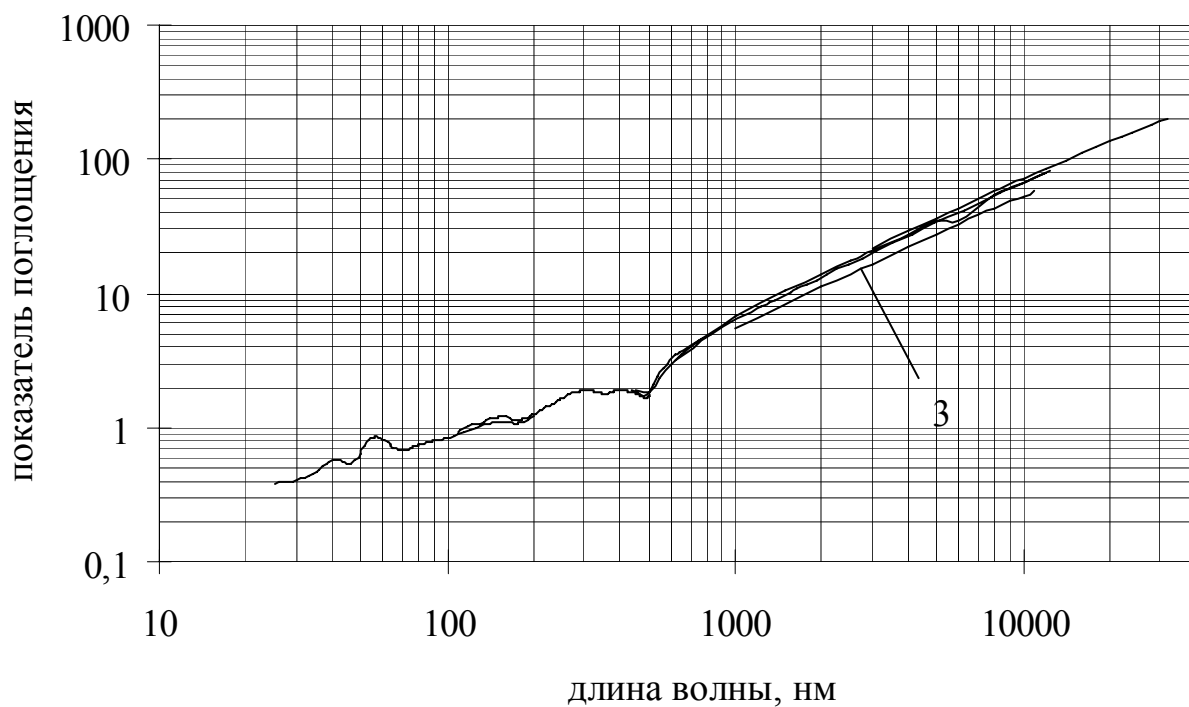
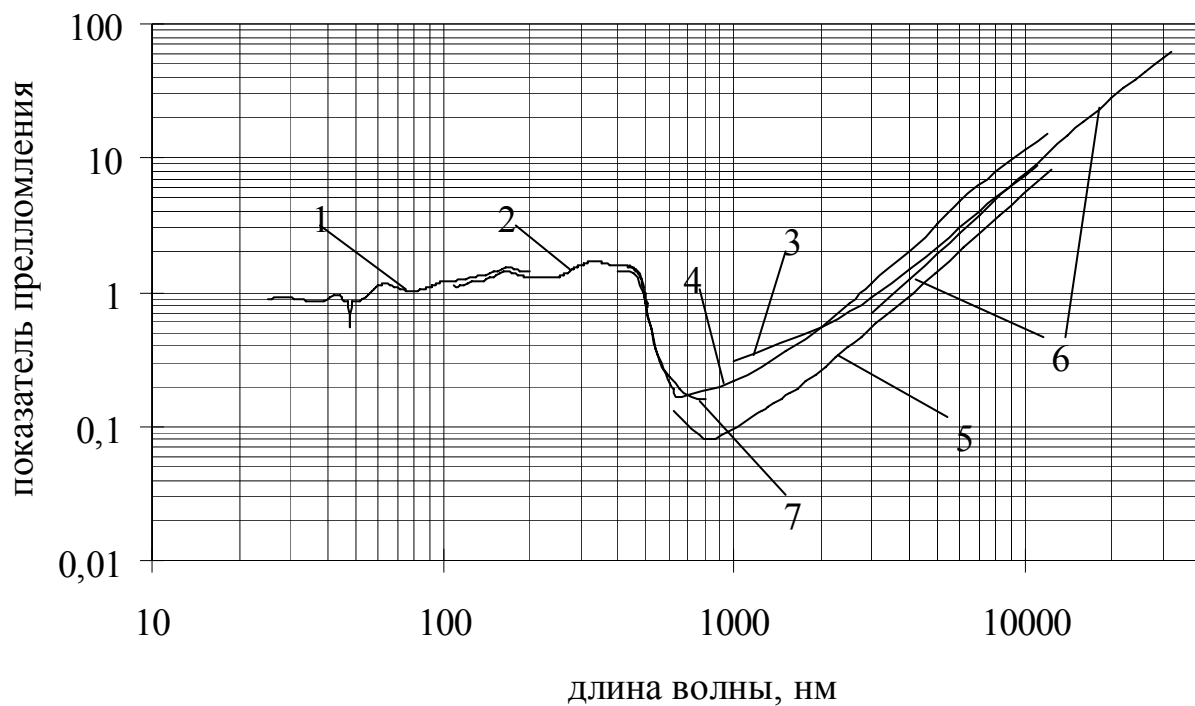
7– монокристаллическая [8, 18]

4– [8, 19]

5– массив [8, 20]

6– напыленная [1, 2]

Рис. 1.2. Оптические постоянные меди.



- 1– напыленное [8, 11, 21]
- 2– напыленное [6]
- 3– кристаллическое [8, 22]
- 4– кристаллическое [8, 18, 23]

- 5– [8, 24]
- 6– массив [8, 13]
- 7– напыленное [1, 2]

Рис. 1.3. Оптические постоянные золота.

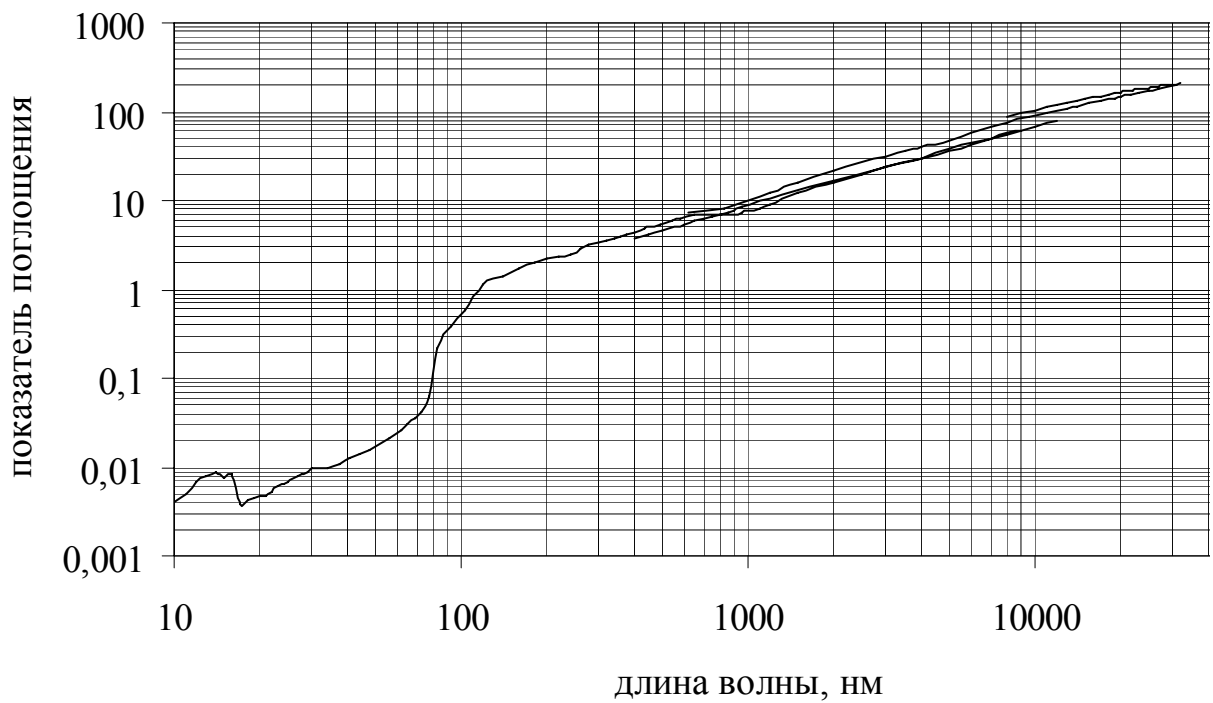
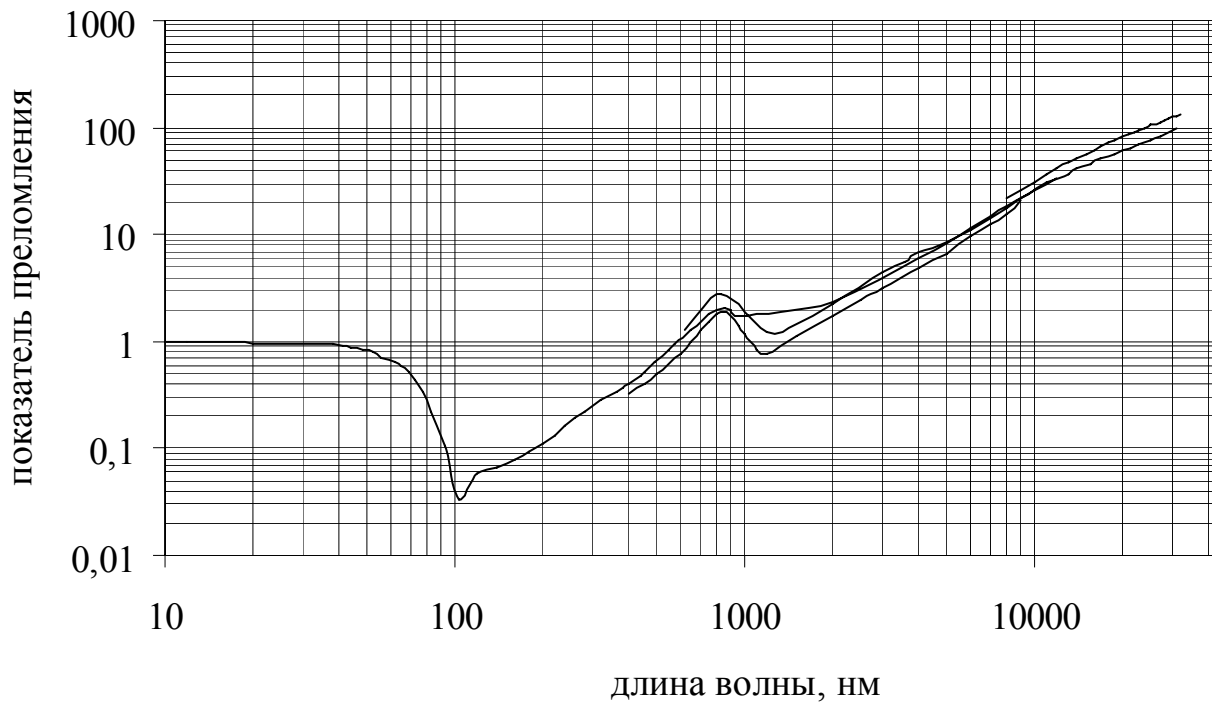
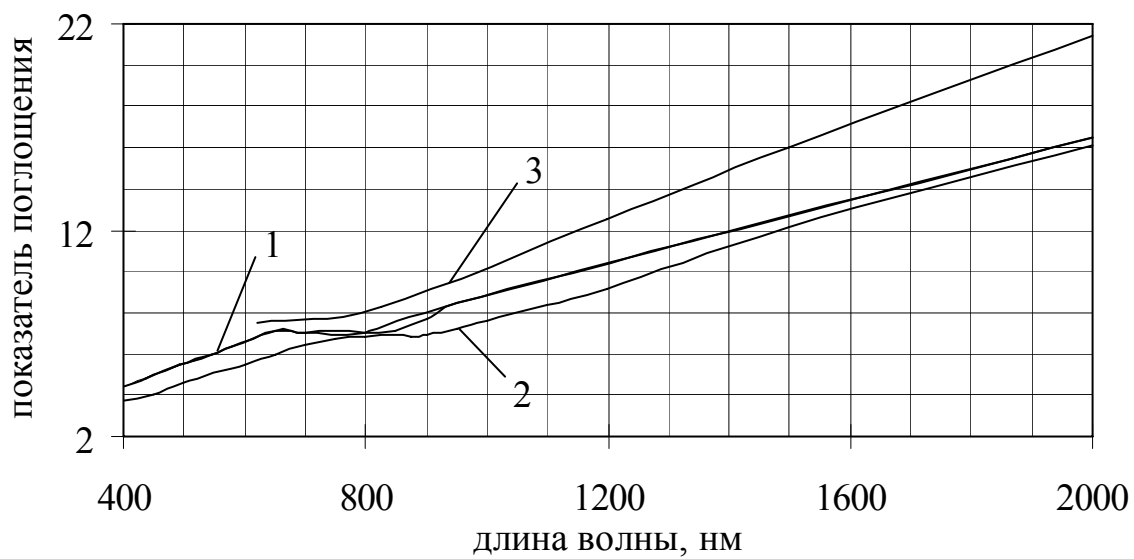
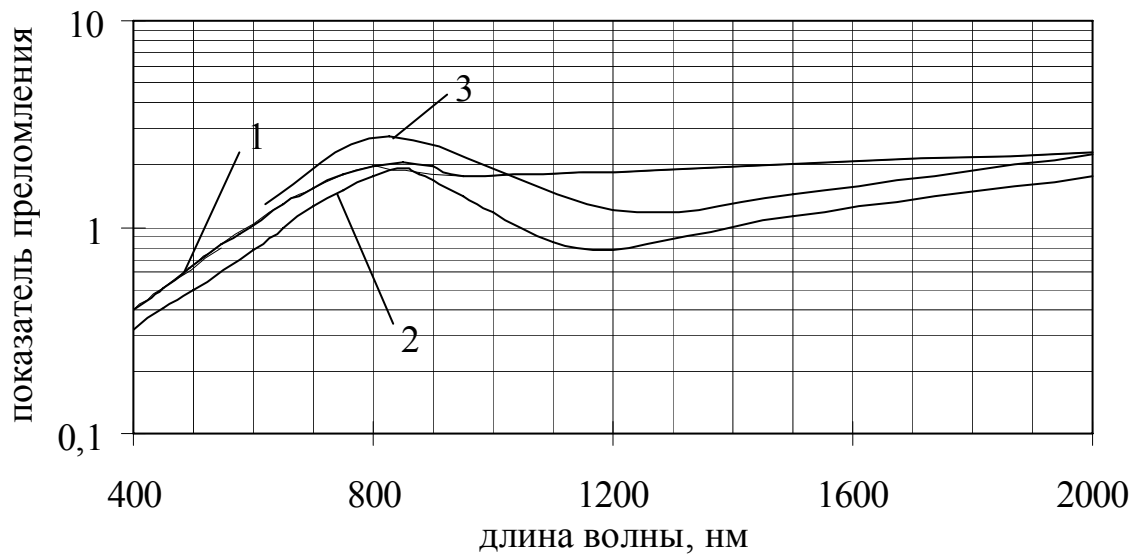


Рис. 1.4. Оптические постоянные алюминия.



- 1– напыленный [1, 2, 3, 4, 8]
- 2– напыленный [5, 26, 28]
- 3– напыленный [8, 25]

Рис. 1.5. Оптические постоянные алюминия.

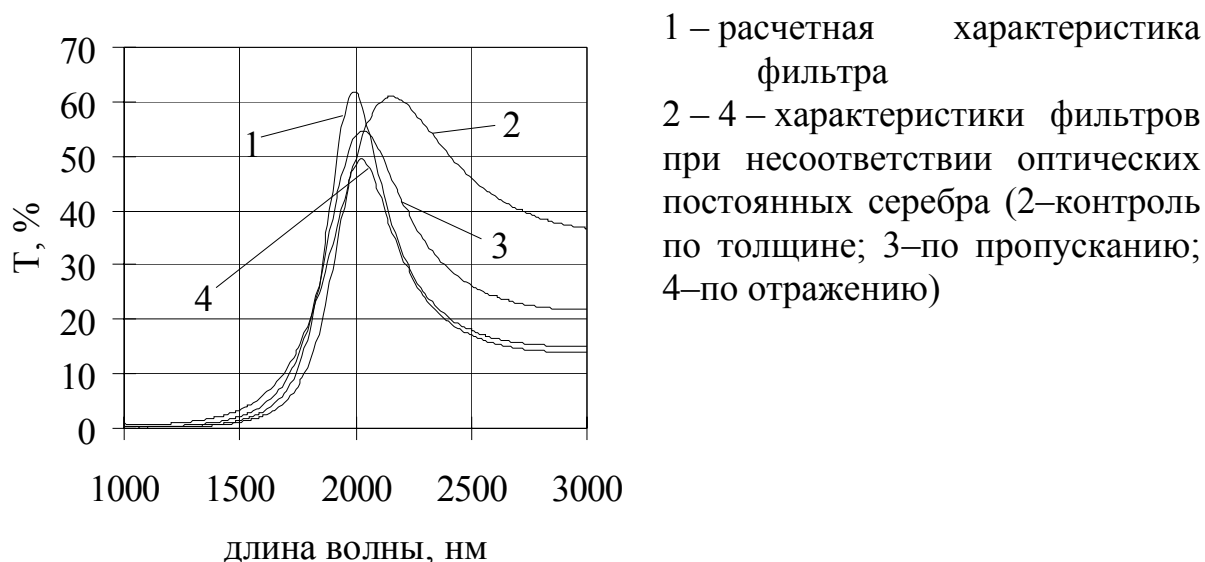


Рис. 1.6а. Спектральные характеристики металлодиэлектрического фильтра полученного при различных методах контроля осаждения.

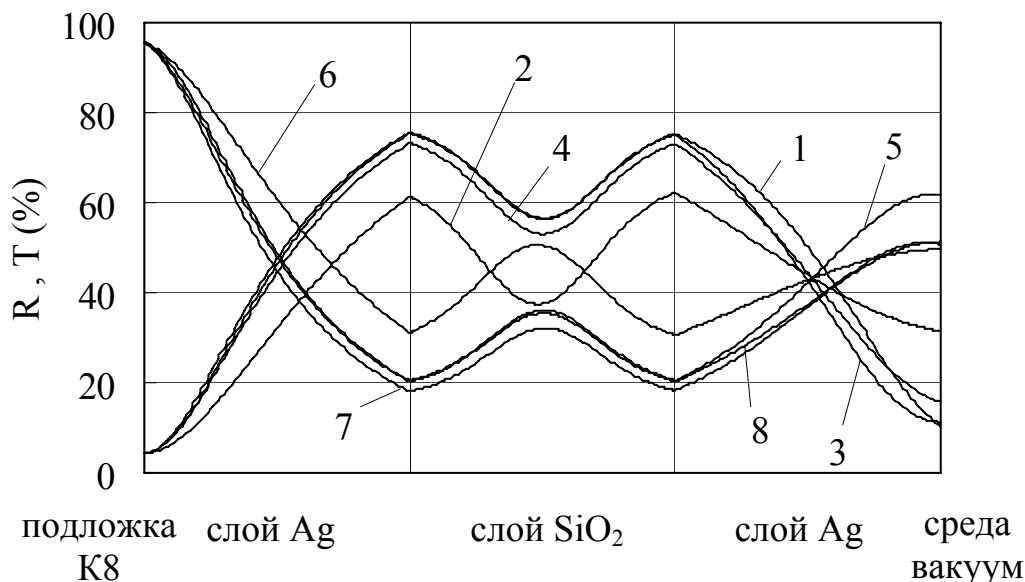


Рис. 1.6б. Расчетные зависимости изменения R (кривые 1 – 4) и T (кривые 5 – 8) при осаждении металлодиэлектрической системы Ag – SiO<sub>2</sub> – Ag.

При соответствии оптических постоянных серебра – 1, 5

При несоответствии оптических постоянных серебра:

2, 6 – с контролем осаждения по толщине (по массе)

3, 7 – с контролем осаждения по коэффициенту отражения

4, 8 – с контролем осаждения по коэффициенту пропускания

## 1.2. Влияние технологических факторов на оптические характеристики тонких металлических пленок

### 1.2.1. Зависимость коэффициента отражения от чистоты алюминия

Зеркала с нанесенными испарением в вакууме алюминиевыми покрытиями на лицевой поверхности широко применяются в оптических

приборах вследствие того, что они не тускнеют и имеют высокий коэффициент отражения. Эти свойства присущи не только испаренным алюминиевым пленкам; прочные зеркала с высоким коэффициентом отражения могут быть получены также путем электролитической полировки массивного металла. Однако для получения высокого отражения этим способом необходимо, чтобы металл высокую степень чистоты [28]. Алюминий, испаряемый налицевую поверхность зеркал, также должен обладать высокой степенью чистоты. В настоящее время для оптических целей выпускается алюминий с чистотой  $99,999 \div 99,9999$  %. Для выяснения влияния чистоты алюминия на качество зеркал приведем данные по характеристикам зеркал с чистотой алюминия 99% и 99,99% [29]. Первый может содержать примесь Cu, Si, Mn, Fe, и Zn, причем количество примесей Si и Fe может достигать до 0,5% и выше. Алюминий с чистотой 99,99% и 99% испарялся одновременно в одной вакуумной установке из двух вольфрамовых испарителей, обеспечивавших попадание алюминия на каждую из подложек только из одного испарителя. Значения коэффициентов отражения покрытий, приведенные в таблице 1.1, измерены непосредственно после удаления зеркал из вакуумной камеры (I) и после 8-дневного воздействия атмосферы (II). Данные представляют собой средние значения коэффициента отражения трех зеркал. Изменение коэффициента отражения вызвано образованием оксидного слоя  $Al_2O_3$  толщиной  $3 \div 7$  нм.

Таблица 1.1.

Влияние чистоты алюминия на коэффициент отражения.

$\lambda$ , нм	Al (99,99%)		Al (99%)	
	R, % (I)	R, % (II)	R, % (I)	R, % (II)
460	92	89,5	89	86
530	92	89,5	89	86
570	93	88,5	91	85
600	93	88,0	90	86

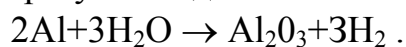
### 1.2.2. Скорость испарения и старение

Известно, что металлические пленки, полученные при малой скорости испарения, имеют тенденцию образовывать зернистую структуру, что приводит к увеличению электрического сопротивления и оптического поглощения пленок. Для таких металлов, как алюминий, который интенсивно поглощает остаточные газы в процессе испарения, малая скорость осаждения приводит также к увеличению загрязнения пленки металла оксидами.

Испарение алюминия всегда сопровождается уменьшением давления остаточного газа вследствие поглощения кислорода осаждающимся испаряемым веществом. В непрерывно откачиваемой системе с масляным диффузионным насосом без ловушек с жидким азотом атмосфера



остаточных газов все время пополняется парами воды, выделяющимися из стенок системы. Поэтому, кроме непосредственного поглощения молекул кислорода из атмосферы остаточных газов, алюминий может также реагировать с парами воды, образуя оксид алюминия и водород:



Водород, выделяющийся при этой реакции, откачивается диффузионным насосом быстрее, чем пары воды и давление в камере падает. Известно, что алюминий образует устойчивые нитриды, которые могут загрязнять пленки, если в атмосфере остаточных газов присутствует азот. Однако в литературе по электронно-графическим исследованиям пленок алюминия сообщений на этот счет нет; смеси нитридов и оксидов наблюдались, например, в случае титана, испаряемого в плохом вакууме. [30]

Скорость осаждения и вакуум, при которых изготавливаются пленки, имеют большое влияние на отражение в видимой и ультрафиолетовой области спектра. Однако, отражение в инфракрасной области спектра менее чувствительно к этим параметрам, чем отражение более коротких длин волн. Однако отсюда нельзя сделать вывод, что слой оксида алюминия и молекулярный газ, содержащийся в пленке, попавший туда во время осаждения, не влияют на отражение в инфракрасной области. Для этого необходимо достигнуть более высокого вакуума, чтобы можно было исключить влияние этих факторов. При давлении  $1,3 \cdot 10^{-3}$  Па, расчеты кинетической теории показывают, что  $4 \cdot 10^{15}$  молекул газа ударяются в каждый квадратный сантиметр подложки в секунду. Это число является одной десятой частью атомов алюминия, которые ударяются в подложку и прилипают к ней при скорости осаждения 7 нм в секунду. Оксид алюминия может образовываться не только из-за взаимодействия атомов алюминия и небольшого количества кислорода содержащегося в вакуумной системе, но также из-за взаимодействия алюминия с парами воды, которые являются главной составляющей остаточного газа. Эксперименты по полевому излучению показывают, что осязательный оксидный слой появляется на чистом алюминии после выдержки в кислороде в течение одной минуты при давлении  $1,3 \cdot 10^{-5}$  Па. Есть один метод, который может уменьшить скорость роста оксидного слоя в течение осаждения, который заключается в использовании жидкого гелия перед осаждением. Но в инфракрасной области осязательной разницы коэффициента отражения алюминиевой пленки изготовленной с использованием жидкого гелия и без него не было. Поэтому наилучшим для алюминия остается быстрое осаждение при сверхвысоком вакууме. [31]

Опыт показывает, что отражение только что изготовленных зеркал всегда больше, чем отражение у зеркал, которые хранились или использовались в течение долгого времени. Таблица 1.2 показывает влияние старения на отражение двух алюминиевых зеркал толщиной 60–70 нм изготовленных в различных условиях. Большое изменение в

Таблица 1.2.

Влияние старения на отражение двух алюминиевых пленок изготовленных в различных условиях.

Условия осаждения	время осаждения 7 с., давление $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па			время осаждения 60 с., давление $2,6 \cdot 10^{-3}$ Па		
	30 мин.	1 месяц	1 год	30 мин.	1 месяц	1 год
Выдержка на воздухе						
Длина волны, нм	R, %			R, %		
220	91,5	90,1	89,9	83,5	74,2	72,5
360	92,4	92,0	91,9	91,0	90,3	90,1
550	91,6	91,4	91,4	90,9	90,6	90,5

отражении обусловлено окислением алюминия на воздухе и обычно рост оксидной пленки завершается в течение месяца. Оксидная пленка, формирующаяся на алюминии, который находится на воздухе в нормальных условиях, достигает от 4 до 10 нм. Такой тонкий окисный слой сильнее влияет на отражение алюминия в ультрафиолетовой области спектра, чем в длинноволновой.

Уменьшение отражения алюминия при старении вызывается не только формированием оксидного слоя на поверхности пленки, потому что этот слой достигает своей предельной толщины в 4–10 нм в течение одного месяца, тогда как отражение продолжает уменьшаться даже через три года после осаждения. Причиной этого эффекта может быть рассеивание на поверхности слоя. [32]

Алюминиевые пленки, изготовленные быстрым осаждением при низком давлении, имеют более компактную структуру и испытывают меньшее окисление на воздухе и меньшее изменение коэффициента отражения в ультрафиолетовой области, чем пленки, которые осаждались медленно. Значения отражения в таблице 1.2 были измерены после выдержки в воздухе при влажности от 30 до 60%. Если алюминиевые пленки хранились в эксикаторе изменение коэффициента отражения в ультрафиолетовой области незначительно. Для того чтобы изучить влияние длительного ультрафиолетового излучения на коэффициент отражения алюминия в ультрафиолетовой области, различные алюминиевые зеркала были помещены под 300-ваттную ртутно-кварцевую лампу на расстоянии 15 сантиметров на несколько суток. Результаты измеренного отражения на длине волны 220 нм до и после обработки ультрафиолетовым излучением представлены в таблице 1.3. Влияние длительного ультрафиолетового излучения на отражение алюминиевых пленок может быть объяснено увеличением скорости окисления. [33]

Увеличение скорости испарения алюминия уменьшает загрязнение покрытия оксидами и обеспечивает получение мелкозернистой пленки.

Алюминиевые покрытия, изготовленные последовательным испарением из нескольких испарителей, отличаются по оптическим

Таблица 1.3.

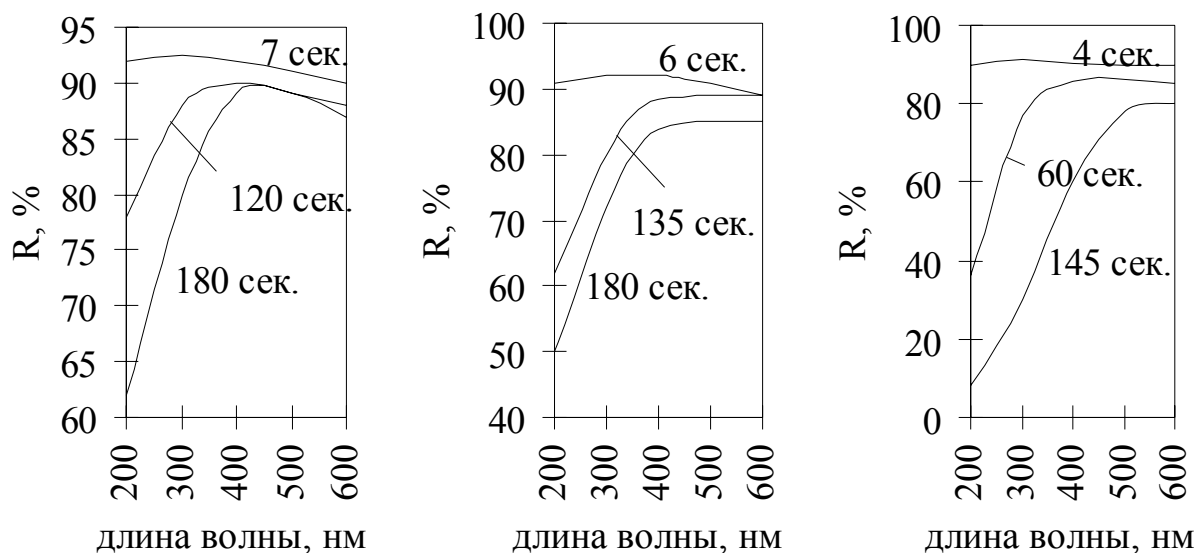
Влияние длительного ультрафиолетового облучения на отражение двух алюминиевых пленок осажденных в различных условиях.

Условия осаждения	время осаждения 6 с., давление $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па	Время осаждения 55 с., давление $1,3 \cdot 10^{-3}$ Па
Отражение до обработки УФ излучением	91,5%	86,9%
Отражение после 24 часов обработки УФ излучением	90,3%	82,5%
Отражение после 68 часов обработки УФ излучением	89,5%	80,2%

свойствам от пленок, полученных непрерывным испарением из одного тигля: первые состоят из чередующихся слоев металла и оксида.

Пленки с высоким отражением в ультрафиолете (от 91,5% до 92,5%) могут быть изготовлены только быстрым осаждением при низком давлении. Такие пленки, к тому же, обладают большей плотностью, чем медленно осажденные и поэтому у них меньше окисление и очень малое уменьшение отражения при выдержке в воздухе. На 220 нм, где эффект старения резко выражен, зеркало изготовленное год назад все еще показывает около 90% отражения. Полупроцентное уменьшение отражения на длине волны 220 нм в период больше года может быть объяснено формированием тонкой оксидной пленки толщиной 2,5 – 3,0 нм. Такая тонкая оксидная пленка мало влияет на отражение алюминия в видимой области спектра (коэффициент отражения на длине волны 550 нм уменьшается менее чем 0,3%). [4]

Тот факт, что высокая скорость осаждения является более важным основным фактором для изготовления алюминиевых пленок с высоким коэффициентом отражения в ультрафиолете, иллюстрирует рисунок 1.7. Данные представлены для трех групп пленок осажденных при разных давлениях. Первая группа была осаждена при давлении  $(1,3 \div 2,6) \cdot 10^{-3}$  Па, вторая при  $(1,3 \div 2,6) \cdot 10^{-2}$  Па и третья при  $1,3 \cdot 10^{-1}$  Па. Все пленки были почти непрозрачны с толщиной 60 – 70 нм. Значения коэффициента отражения были измерены в пределах одного часа после изготовления покрытий. Кривые на рисунке 1.7 ясно показывают, что скорость осаждения больше влияет на отражение алюминия в ультрафиолете и существенно меньше влияет на его отражение в длинноволновом диапазоне. Увеличение времени осаждения для непрозрачных покрытий от 7 секунд (которое еще не является оптимальной скоростью осаждения) до 180 секунд при давлении  $P = (1,3 \div 2,6) \cdot 10^{-3}$  Па, приводит к уменьшению коэффициента отражения на 220 нм от 91% до 62%, но на 550 нм отражение уменьшается только на 1%. Влияние скорости отжига даже больше, чем высокого давления. Однако пленки с очень высоким отражением в ультрафиолетовой области могут быть также изготовлены при  $P = 1,3 \cdot 10^{-2}$  Па и даже при  $P = 1,3 \cdot 10^{-1}$  Па. При больших давлениях,



а)  $P=(1,3 \div 2,6) \cdot 10^{-3}$  Па      б)  $P=(1,3 \div 2,6) \cdot 10^{-2}$  Па      в)  $P=1,3 \cdot 10^{-1}$  Па

Рис. 1.7. Влияние скорости осаждения на коэффициент отражения алюминиевых покрытий толщиной 60 – 70 нм.

однако, отражение в ультрафиолете уменьшается быстрее с увеличением времени осаждения, чем это происходит при более низких давлениях. Непрозрачное покрытие, осажденное за 180 секунд при давлении  $P=1,3 \cdot 10^{-2}$  Па имеет коэффициент отражения 40% на 220 нм, а покрытие изготовленное при  $P=1,3 \cdot 10^{-1}$  Па имеет коэффициент отражения 12% на той же длине волны. [4]

Следовательно, быстрое осаждение при низком давлении является более важным для изготовления алюминиевых пленок с высоким коэффициентом отражения в УФ, и только такие пленки могут быть использованы для определения оптических постоянных алюминия.

### 1.2.3. Температура подложки

Высокая скорость осаждения не единственный фактор, влияющий на коэффициент отражения напыленного алюминия. Температура подложки во время напыления, толщина пленки, и угол падения осаждаемого алюминия имеют также влияют на коэффициент отражения осажденных покрытий, особенно в коротковолновой области спектра.

Хотя большинство материалов содержащих алюминий имеют лучшую адгезию, если они осаждаются на разогретую подложку, с увеличением температуры подложки, размер зерна и отсюда неровность поверхности увеличивается, и это приводит к уменьшению зеркального отражения, особенно в коротковолновой области.

Таблица 1.4.

Влияние температуры подложки на оптические свойства пленок алюминия.

Температура, °С	30	50	100	150	200	30	50	100	150	200
длина волны, нм	R, %					A, %				
P=1,3·10 <sup>-3</sup> Па, скорость осаждения 30 нм/сек										
220	91,5	91,3	90,0	87,9	83,8	8,5	8,7	10,0	12,1	16,2
260	92,2	92,1	91,5	90,4	88,4	7,8	7,9	8,5	9,6	11,6
300	92,3	92,3	91,9	91,2	90,2	7,7	7,7	8,1	8,8	9,8
400	92,4	92,3	92,0	91,7	91,5	7,6	7,7	8,0	8,3	8,5
500	91,7	91,7	91,5	91,4	91,3	8,3	8,3	8,5	8,6	8,7
600	91,0	90,9	90,8	90,7	90,5	9,0	9,1	9,2	9,3	9,5
P=1,3·10 <sup>-2</sup> Па, скорость осаждения 10 нм/сек										
220	89,0	88,9	86,0	65,2	46,6	11,0	11,1	14,0	34,8	53,4
260	91,2	91,0	89,9	73,5	56,7	8,8	9,0	10,1	26,5	43,3
300	91,8	91,7	91,2	79,2	64,9	8,2	8,3	8,8	20,8	35,1
400	92,0	91,9	91,7	87,4	77,9	8,0	8,1	8,3	12,6	22,1
500	91,6	91,5	91,5	89,5	83,9	8,4	8,5	8,5	10,5	16,1
600	90,9	90,9	90,8	89,6	86,7	9,1	9,1	9,2	10,4	13,3

Таблица 1.4 показывает воздействие температуры подложки на отражение почти непрозрачных алюминиевых пленок осажденных при давлении  $1,3 \cdot 10^{-3}$  Па. Результаты приведены для двух групп пленок; одна осаждалась со скоростью около 30 нм/с, другая при 1,0 - 1,5 нм/с. [4] Для подложек с температурами выше 50°С коэффициент отражения всех пленок уменьшается с увеличением температуры. Воздействие более резко выражено в ультрафиолетовой области для пленок изготовленных с низкой скоростью осаждения. Для пленок изготовленных с высокой скоростью осаждения (примерно 30 нм/с) с увеличением температуры подложки с 30° до 200°С, коэффициент отражения снизился с 91,5% до 83,8% на длине волны 220 нм, а на длине волны 500 нм с 91,7 до 91,3% (табл. 1.4). Для пленок, изготовленных с более низкими скоростями осаждения, наблюдается большее снижение коэффициента отражения с увеличением температуры подложки. У пленок осажденных со скоростью 1 – 1,5 нм/с, на длине волны 220 нм коэффициент отражения уменьшается с 89% до 46,6%, а на длине волны 500 нм с 91,6% до 83,9%, при увеличении температуры подложки с 30° до 200°С (табл. 1.4). Из этого следует, что для получения алюминиевых пленок с высоким отражением в ультрафиолете, температура подложки во время осаждения не должна быть выше 50°С, и если необходима большая температура подложки для увеличения адгезии, пленки должны быть осаждены с максимально возможной скоростью.

Коэффициент отражения алюминиевых пленок на стекле снижается при уменьшении скорости испарения и при росте температуры подложки в

процессе нанесения. Известно, что при давлении газа  $1,3 \cdot 10^{-2}$  Па слои алюминия, медленно испаренные на стеклянные подложки, имеющие температуру выше  $200^{\circ}\text{C}$ , окрашены в проходящем свете в коричневатый цвет вместо серо-голубого характерного для нормальных алюминиевых покрытий. Несмотря на то, что такие пленки обнаруживают металлическое отражение, они неэлектропроводны до толщин  $\sim 20$  нм. [34]

При повышении температуры подложки в процессе нанесения, получается более агломерированная структура, но отсутствие проводимости нельзя объяснить только агломерацией слоя. Когда алюминиевая пленка, нанесенная при нормальной температуре подложки, длительно нагревается до  $200^{\circ}\text{C}$  в вакууме, чтобы вызвать зернистость, слой остается проводящим, а его оптическое поглощение уменьшается лишь незначительно. Слои, медленно нанесенные на горячую подложку при средних давлениях, по-видимому, представляют собой смесь алюминия и его окиси. Наиболее вероятным является образование оксида на границах кристаллитов.

Сильное уменьшение коэффициента отражения и рост оптического поглощения алюминиевых пленок, полученных при низкой скорости испарения и высокой температуре подложки, показаны в таблице 1.5. В каждом из режимов два зеркала изготавливались при различных температурах подложки  $15$  и  $200^{\circ}\text{C}$ . Плохие оптические качества свойственны медленно нанесенным на горячие подложки слоям алюминия при использовании как ртутных (с вымораживанием паров Hg жидким воздухом), так и масляных диффузионных насосов. Влияние скорости испарения на оптические свойства алюминиевых слоев сильнее, чем влияние температуры подложки.

Из таблицы 1.5 видно, что даже при высокой температуре подложки  $\sim 200^{\circ}\text{C}$  весьма большая скорость испарения давала слои с высоким коэффициентом отражения. Незначительное уменьшение отражения в этом случае вызвано, видимо, ростом зерен, а не загрязнением слоя окислами, поскольку значения коэффициента отражения близки к коэффициенту отражения пленок, полученных при низких температурах подложки и

Таблица 1.5.

Влияние технологических параметров осаждения на оптические свойства пленок алюминия.

$\lambda$ , нм			460	530	570	600	460	530	570	600
d, нм	$t_{\text{исп}}$ , мин	$T_{\text{подл}}$ , $^{\circ}\text{C}$	R, %				A, %			
55	10	15	73.5	76	76	77.5	26	23.5	23.5	22
55	10	200	44	59	63	65.5	54.5	39	35.5	33
44	10	15	64.5	67	68	68	32	30	29	29
44	10	200	56	60	61	62	39.5	36	35	34
50	<0.05	15	92	92	93	93	8	8	7	7
50	<0.05	200	88	87	84	87	12	13	16	13

отожженных в вакууме. [34]

#### ***1.2.4. Влияние неровностей поверхности***

Хорошо известно, что для получения зеркально отражающей поверхности высота ее неровностей не должно превышать десятую долю длины волны падающего света. Световая волна, падающая на неполированную поверхность, например стекла, вначале встречается с ее возвышающимися частями, и возникающие при этом вторичные волны, отражаясь, распространяются в пространстве впереди волн отраженных от впадин поверхности. В результате фронт отраженной волны уже не является плоским, так как каждая точка поверхности действует как источник света, излучающий во всех направлениях. Можно показать, что разность хода волн, отраженных от выпуклостей и впадин поверхности, равна  $2h\cos\theta$  где  $h$  – высота выпуклостей в направлении нормали к поверхности и  $\theta$  – угол падения. Таким образом, разность хода уменьшается при увеличении угла падения и зеркальное отражение получается, когда угол падения настолько велик, что величина  $2h\cos\theta$  становится малой долей длины волны. Эта доля всегда будет больше для меньших длин волн, и поэтому поверхность, диффузно отражающая в определенном спектральном участке, в то же время может отражать зеркально большие длины волн. Например, пленки олова, нанесенные на стекло при комнатной температуре, имеют грубую поверхность, рассеивающую падающий свет. Тонкие пленки олова, имеющие небольшие размеры зерен, более направленно отражают зеленый, желтый и красный свет, чем синий, так что при рассматривании в белом свете при нормальном падении заметно зеркальное отражение желтого света. Если такие покрытия рассматривать под большими углами падения света, цвет отраженного света — белый. [34]

Алюминиевые пленки, нанесенные испарением в хорошем вакууме ( $1,3 \cdot 10^{-3}$  Па и менее) на полированную поверхность стекла, имеют в отличие от пленок олова сильное зеркальное отражение при толщинах 50 – 200 нм благодаря очень малому размеру зерна. Эта область толщин обычно используется для покрытия лицевой поверхности зеркал, так как она обеспечивает получение непрозрачных пленок с высоким коэффициентом отражения. Алюминиевые покрытия толще 1 мкм, если считать, что плотность равна плотности массивного металла, имеют грубую поверхностную структуру, что приводит к рассеянию падающего света. Предельная толщина, при которой покрытие начинает рассеивать свет, уменьшается при увеличении угла, под которым атомы испаряемого вещества поступают на приемную поверхность. Рассеивающие свет структуры алюминиевых покрытий при обычных применяемых толщинах возникают при скользящих углах падения паров. Это влияние угла

поступления паров на отражательные свойства алюминиевых пленок подробно описывается ниже. [35]

### 1.2.5. Влияние угла поступления паров

В таблице 1.6 показаны более полные данные описывающие влияние угла падения осаждаемого вещества на коэффициент отражения в видимой и ультрафиолетовой области спектра алюминиевых пленок при двух различных толщинах. [4] Приведены данные для двух групп пленок: одна изготавливалась в оптимальных условиях (скорость осаждения 30 нм/с,  $P=1,3 \cdot 10^{-3}$  Па), а другая осаждалась в плохих условиях (скорость осаждения 1 нм/с,  $P=1,3 \cdot 10^{-2}$  Па). В каждой группе рассматриваются пленки с толщиной 60 нм и 200 нм. Результаты показывают, что отражение уменьшается с увеличением угла поступления вещества, длины волны, толщины пленки и условий осаждения. Влияние слабо выражено в коротковолновой области для углов поступления паров до  $30^\circ$ , при больших углах это влияние становится более существенным, а для пленок изготовленных в плохих условиях и увеличивается во всех случаях с увеличением толщины пленки.

Таблица 1.6.

Влияние угла падения осаждаемого вещества на коэффициент отражения в видимой и ультрафиолетовой области спектра алюминиевых пленок.

угол поступления паров	$0^\circ$		$30^\circ$		$60^\circ$	
	D~60нм	d~200нм	d~60нм	d~200нм	d~60нм	d~200нм
длина волны, нм						
$P=1,3 \cdot 10^{-3}$ Па, скорость осаждения 30 нм/сек						
220	91,5	91,2	91,4	90,7	90,4	75
260	92,2	91,9	92	91,7	91,5	82,2
300	92,3	92,2	92,1	91,8	91,8	85,5
400	92,4	92,2	92,1	91,9	91,8	88,5
500	91,7	91,7	91,6	91,6	91,5	90
600	91	90,9	90,9	90,8	90,8	89,6
$P=1,3 \cdot 10^{-2}$ Па, скорость осаждения 10 нм/сек						
220	83,5	65,9	82,6	60,5	81,4	31,8
260	88,4	74,1	88,2	70,5	87,6	42,5
300	90,5	79,5	90,4	75,9	89,6	53,2
400	91,3	86,8	91,3	83,2	91	72
500	91	88,8	90,1	87,5	90,8	81,3
600	90,3	89,3	90,2	89	90	84,7

### 1.2.6. Адгезия металлов к подложкам



Прочность сцепления нанесенных слоев со стеклом, металлами и другими подложками зависит не только от чистоты поверхности, но также от типа пары покрытие-подложка.

Структура наносимой пленки также зависит от межповерхностных сил на границе пленка-подложка. Когда эти силы меньше сил сцепления в пленке, она приобретает зернистую структуру; при обратном соотношении тех и других сил структура получается однородной. Таким образом, меры, принимаемые для получения прочных покрытий, одновременно влияют также на структуру а, следовательно, на физические свойства наносимых слоев. Совершенно иной тип сцепления с подложкой имеет место при нанесении пленки на шероховатую поверхность, который здесь не рассматривается.

Изменения в силах адгезии в случае различных пар пленка-подложка являлись предметом многих догадок и предположений, однако, вследствие недостаточности исследований и ограниченности методов получение желаемых результатов все еще является предметом “искусства”. Некоторые фактические данные об адгезионных свойствах некоторых пар металл–диэлектрик приведены ниже.

Метод оценки прочности связи нанесенной пленки с подложкой состоит в установлении того, может ли пленка быть отделена от подложки при отрывании от нее полоски липкого пластыря. Этот простой, но вполне эффективный метод впервые был применен Стронгом для испытания сцепляемости алюминиевых пленок со стеклом.

Металлы, склонные к образованию оксидов (такие как хром, алюминий и др.) обычно хорошо сцепляются, со стеклом, в то время как серебро и золото связываются со стеклом слабо и легко удаляются с его поверхности.

В таблице 1.7 приведены данные о сопротивлении отрыву для ряда металлических покрытий на стекле при отрыве посредством пленки коллодия, предварительно прижатой к металлу [36]; все покрытия наносились в вакууме, создаваемом масляным диффузионным насосом. Из данных этой таблицы следует, что в этих условиях родий слабо сцепляется со стеклом. Однако он дает прочное покрытие при нанесении в установках с ртутными диффузионными насосами, снабженными ловушками с жидким воздухом. Причина непрочности родиевых покрытий неясна; она может состоять как в наличии углеродородных покрытий на подложке (масляный диффузионный насос), так и в том, что в данной установке отсутствовала ловушка с жидким воздухом.

На адгезию металлических пленок так же оказывает влияние химическое состояние поверхности стекла, поскольку поверхность стекла непосредственно после изготовления покрыта нейтральным слоем гидроксида ОН, образовавшимся в результате реакции атмосферной влаги со свежей поверхностью стекла. Предполагается, что связывание металла происходит в результате его химической реакции с этим слоем. [37]

Таблица 1.7.

## Сцепляемость металлических пленок со стеклом.

Элемент	Степень легкости отделения от стекла*	Элемент	Степень легкости отделения от стекла*
Be	—	Ag	±
Al	—	In	±
Cr	—	W	—
Mg	—	Pt	+
Ni	±	Au	+
Cu	±	Pb	—
Rh	+	U	—
Pd	+		

+ — легко; ± — в зависимости от определенных условий;  
 — — не отделяется

Платиновые пленки, полученные катодным распылением в атмосфере кислорода, загрязнены  $PtO_2$  и поэтому связываются со стеклом прочнее.

Слабая связь благородных металлов со стеклом легко обнаруживается по образованию трещин после воздействия на покрытие влажной атмосферы. Возможно, что пары воды проникают в пленку сквозь мелкие отверстия и, смачивая стекло, отделяют и отрывают слой от его поверхности. Известно, что золото хорошо сцепляется со стеклом, обладающим плохой смачиваемостью водой, а также что пленка золота, защищенная слоем окиси кремния (непроницаемой для воды при толщине ~10 нм), с трудом отрывается от стекла. [36] Связь пленок благородных металлов со стеклом также может быть улучшена путем предварительного нанесения на подложку окиси металла.

Обычно сцепление испаренных металлических пленок с металлической основой весьма сильно, и неудачи здесь всегда связаны с плохой очисткой. Наилучшей является ионная очистка, приводящая к удалению внешнего слоя с металлической поверхности. Можно думать, что теории сцепления, развитые для электрофизического осаждения металлов, применимы также к слоям, наносимым в вакууме, если только слои и подложки находятся в тесном контакте, и не разделены окисной пленкой.

Сцепление металлических пленок с пластифицированными пластмассами обычно оказывается плохим вследствие наличия тонкой разделяющей жидкой пленки пластификатора, выступившего из пластмассы. Так, например, сцепление испаренного алюминия с такими целлюлозными материалами, как бумага и ткани, получается весьма сильным, тогда как с целлофана они легко снимаются из-за присутствия на поверхности пленки глицеринового пластификатора. Удаление



описана произведением матриц содержащихся слоев. В этом случае компоненты  $E$ ,  $H$  вектора в среде, из которой падает свет, связаны с компонентами  $E$ ,  $H$  вектора в среде, в которую свет распространяется, соотношением

$$\begin{bmatrix} E_0 \\ H_0 \end{bmatrix} = [M_1][M_2][M_3] \dots [M_{\ell-1}] \begin{bmatrix} E_{\ell-1} \\ H_{\ell-1} \end{bmatrix} = [M] \begin{bmatrix} E_{\ell-1} \\ H_{\ell-1} \end{bmatrix}, \text{ здесь (1)}$$

$M_1$ – $M_{\ell-1}$  – матрицы интерференции слоев многослойной системы вида:

$$M_j = \begin{bmatrix} m_{11} & i m_{12} \\ i m_{21} & m_{22} \end{bmatrix}, \text{ где}$$

$$m_{11} = \cos \frac{2\pi n d}{\lambda}, \quad m_{12} = \frac{1}{n} \sin \frac{2\pi n d}{\lambda}, \quad m_{22} = \cos \frac{2\pi n d}{\lambda}, \quad m_{21} = n \sin \frac{2\pi n d}{\lambda}.$$

Учитывая граничные условия на нулевой и  $(\ell-1)$  – границах раздела:

$$E_0 = E_{0^-}^{(t)} + E_{0^-}^{(r)}; \quad E_{(\ell-1)} = E_{(\ell-1)^+}^{(t)} = 1 \quad (2)$$

$$H_0 = n_0 E_{0^-}^{(t)} - n_0 E_{0^-}^{(r)}; \quad H_{(\ell-1)} = n_{\ell} E_{(\ell-1)^+}^{(t)} = n_{\ell},$$

выражение (1) можно записать в виде

$$\begin{bmatrix} E_{0^-}^{(t)} + E_{0^-}^{(r)} \\ n_0 E_{0^-}^{(t)} - n_0 E_{0^-}^{(r)} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} m_{11} & i m_{12} \\ i m_{21} & m_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ n_{\ell} \end{bmatrix} \quad (3)$$

Амплитудные коэффициенты отражения и пропускания интерференционной системы равны:

$$r_{0^-} = \frac{E_{0^-}^{(r)}}{E_{0^-}^{(t)}}; \quad t_{0^-} = \frac{1}{E_{0^-}^{(t)}}. \quad (4)$$

Из (4) вытекают следующие определения энергетических коэффициентов отражения и пропускания

$$R = \left| \frac{E_{0^-}^{(r)}}{E_{0^-}^{(t)}} \right|^2; \quad T = \frac{\operatorname{Re} [\tilde{n}_{\ell}]}{n_0} \left| \frac{E_{m^+}^{(t)}}{E_{0^-}^{(t)}} \right|^2. \quad (5)$$

Если в системе нет поглощения, то  $T+R=1$ , при наличии поглощающих слоев это выражение принимает вид:  $R+T+\Sigma A_j=1$ , где  $A_j$  – коэффициент поглощения в  $j$ -том слое (в дальнейшем будет использоваться коэффициент поглощения  $A=\Sigma A_j$ ).

Второй важный набор величин, необходимых при расчете оптических свойств тонких пленок, – относительные изменения фазы, играющие существенную роль в интерферометрии и в задачах проектирования многослойных фильтров. Изменение фазы при отражении определяется как разность фаз отраженной и падающей волн на границе раздела двух сред,

$$\rho = \arg \left[ \frac{E_{0^-}^{(r)}}{E_{0^-}^{(t)}} \right]^2 . \quad (6)$$

Аналогично изменение фазы при прохождении определяется

$$\tau = \arg \left[ \frac{1}{E_{0^-}^{(t)}} \right]^2 . \quad (7)$$

Приведенные выше выражения (3) могут быть использованы для расчетов не поглощающей пленочной системы. При наличии поглощающих пленок элементы матриц становятся комплексными числами. Тогда матрица интерференции слоя принимает вид:

$$\begin{bmatrix} \tilde{m}_{11} & i \tilde{m}_{12} \\ i \tilde{m}_{21} & \tilde{m}_{22} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \tilde{\varphi} & \frac{i}{\tilde{n}} \sin \tilde{\varphi} \\ i \tilde{n} \sin \tilde{\varphi} & \cos \tilde{\varphi} \end{bmatrix} , \text{ где} \quad (8)$$

$$\begin{aligned} \tilde{m}_{km} &= m_{km} + i m'_{km} - \text{комплексный элемент матрицы, где } k, m = 1, 2. \\ \tilde{\varphi} &= \varphi - i\varphi' - \text{фазовая толщина слоя, где} \\ \varphi &= 2\pi n d / \lambda ; \quad \varphi' = 2\pi k d / \lambda . \end{aligned} \quad (9)$$

Для упрощения последующих расчетов проведем разделение действительных и мнимых компонент матричных элементов, что позволит избавиться от комплексных значений при вычислениях. При таком представлении

$$\begin{aligned} m_{11} &= \cos \varphi \operatorname{ch} \varphi' ; \quad m_{22} = \cos \varphi \operatorname{ch} \varphi' \\ m'_{11} &= \sin \varphi \operatorname{sh} \varphi' ; \quad m'_{22} = \sin \varphi \operatorname{sh} \varphi' \\ m_{12} &= \frac{n \sin \varphi \operatorname{ch} \varphi' + k \cos \varphi \operatorname{sh} \varphi'}{n^2 + k^2} \\ m'_{12} &= \frac{k \sin \varphi \operatorname{ch} \varphi' - n \cos \varphi \operatorname{sh} \varphi'}{n^2 + k^2} \\ m_{21} &= n \sin \varphi \operatorname{ch} \varphi' - k \cos \varphi \operatorname{sh} \varphi' \\ m'_{21} &= -k \sin \varphi \operatorname{ch} \varphi' - n \cos \varphi \operatorname{sh} \varphi' \end{aligned} \quad (10)$$

Поскольку в ходе измерений определяются энергетические коэффициенты отражения и пропускания, то формулы для амплитудных коэффициентов отражения и пропускания опустим. Энергетические коэффициенты отражения и пропускания определяются по следующим формулам:

$$\begin{aligned} R &= \frac{V^2 + Z^2}{X^2 + Y^2} ; \quad T = \frac{4n_0 n_\ell}{X^2 + Y^2} , \text{ где} \\ V &= n_0 m_{11} + m'_{21} - n_\ell (n_0 m'_{12} + m_{22}) + k_\ell (n_0 m_{12} - m'_{22}) \\ Z &= n_0 m'_{11} - m_{21} + n_\ell (n_0 m_{12} - m'_{22}) + k_\ell (n_0 m'_{12} + m_{22}) \\ X &= n_0 m_{11} - m'_{21} - n_\ell (n_0 m'_{12} - m_{22}) + k_\ell (n_0 m_{12} + m'_{22}) \\ Y &= n_0 m'_{11} + m_{21} + n_\ell (n_0 m_{12} + m'_{22}) + k_\ell (n_0 m'_{12} - m_{22}) \end{aligned} \quad (11)$$

Для расчета многослойных систем удобно использовать следующие формулы последовательного перемножения матриц слоев интерференционной системы (при  $j=2 \dots \ell-1$ ):

$$m_{11} = m_{11}(j-1) m_{11}(j) - m'_{11}(j-1) m'_{11}(j) - m_{12}(j-1) m_{21}(j) + m'_{12}(j-1) m'_{21}(j)$$

$$m_{22} = m_{22}(j-1) m_{22}(j) - m'_{22}(j-1) m'_{22}(j) - m_{21}(j-1) m_{12}(j) + m'_{21}(j-1) m'_{12}(j)$$

$$m_{12} = m_{11}(j-1) m_{12}(j) - m'_{11}(j-1) m'_{12}(j) + m_{12}(j-1) m_{22}(j) - m'_{12}(j-1) m'_{22}(j)$$

$$m_{21} = m_{22}(j-1) m_{21}(j) - m'_{22}(j-1) m'_{21}(j) + m_{21}(j-1) m_{11}(j) - m'_{21}(j-1) m'_{11}(j)$$

$$m'_{11} = m_{11}(j-1) m'_{11}(j) + m'_{11}(j-1) m_{11}(j) - m_{12}(j-1) m'_{21}(j) - m'_{12}(j-1) m_{21}(j)$$

$$m'_{22} = m_{22}(j-1) m'_{22}(j) + m'_{22}(j-1) m_{22}(j) - m_{21}(j-1) m'_{12}(j) - m'_{21}(j-1) m_{12}(j)$$

$$m'_{12} = m_{11}(j-1) m'_{12}(j) + m'_{11}(j-1) m_{12}(j) + m_{12}(j-1) m'_{22}(j) + m'_{12}(j-1) m_{22}(j)$$

$$m'_{21} = m_{22}(j-1) m'_{21}(j) + m'_{22}(j-1) m_{21}(j) + m_{21}(j-1) m'_{11}(j) + m'_{21}(j-1) m_{11}(j)$$

При рассмотрении наклонного падения света на оптические системы, содержащие слои металлов, следует учитывать, что ввиду комплексности показателя преломления угол преломления тоже становится комплексным и лишь формально может рассматриваться как направление луча во второй среде. При этом физический интерес представляет соотношение между действительным углом падения и действительным углом преломления. Под последним понимают угол между нормалью к плоскости постоянной фазы и нормалью к поверхности металла. Поскольку плоскость постоянной амплитуды параллельна границе раздела, то действительный угол преломления равен углу  $\chi$  между плоскостью постоянной фазы и плоскостью постоянной амплитуды (рис. 2.2).

Тогда нетрудно определить косинус действительного угла преломления

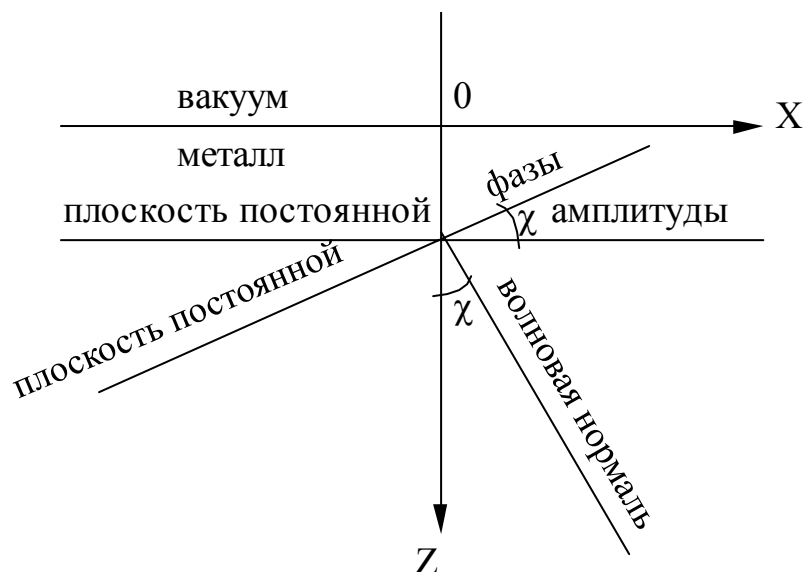


Рис. 2.2

$$\cos \chi = \frac{\sqrt{n^2 - k^2 - \sin^2 \theta} + \sqrt{(n^2 - k^2 - \sin^2 \theta)^2 + 4n^2 k^2}}{\sqrt{n^2 - k^2 + \sin^2 \theta} + \sqrt{(n^2 - k^2 - \sin^2 \theta)^2 + 4n^2 k^2}} \quad (12)$$

а, следовательно, синус этого угла

$$\sin \chi = \frac{\sqrt{2} \sin \theta}{\sqrt{n^2 - k^2 + \sin^2 \theta} + \sqrt{(n^2 - k^2 - \sin^2 \theta)^2 + 4n^2 k^2}}. \quad (13)$$

Из выражений (12, 13) следует, что показатель преломления можно представить в виде:

$$n_\theta = \frac{\sin \theta}{\sin \chi} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{n^2 - k^2 + \sin^2 \theta} + \sqrt{(n^2 - k^2 - \sin^2 \theta)^2 + 4n^2 k^2} \quad (14)$$

и соответственно выражение для показателя поглощения имеет вид:

$$k_\theta = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{-n^2 + k^2 + \sin^2 \theta} + \sqrt{(n^2 - k^2 - \sin^2 \theta)^2 + 4n^2 k^2} \quad (15)$$

Полагая в уравнениях (14, 15)  $\theta = 0$ , то есть, рассматривая нормальное падение лучей видим, что  $(n_\theta)_{\theta=0} = n$ ,  $(k_\theta)_{\theta=0} = k$ , то есть главные показатели преломления и поглощения являются частными значениями  $n_\theta$  и  $k_\theta$ , определяющими скорость распространения и степень поглощения при произвольном направлении распространения.

Таким образом,  $n_\theta$  и  $k_\theta$  зависят от угла падения, но инвариантными при этом остаются величины определяемые по формулам Кеттелера [39]:

$$\left. \begin{aligned} n_\theta^2 - k_\theta^2 &= n^2 - k^2 \\ n_\theta k_\theta \cos \chi &= nk \end{aligned} \right\}. \quad (16)$$

Если рассматривать показатели преломления и поглощения как функции угла  $\chi$  между плоскостью равных фаз и плоскостью равных амплитуд  $n(\chi)$  и  $k(\chi)$ , то, подставляя в соотношения (16)  $n_\theta = n(\chi)$  и  $k_\theta = \frac{k(\chi)}{\cos \chi}$  будем иметь [40]:

$$\left. \begin{aligned} n^2(\chi) - \frac{k^2(\chi)}{\cos^2 \chi} &= n^2(0) - k^2(0) = n^2 - k^2 \\ n(\chi) k(\chi) &= n(0) k(0) = nk \end{aligned} \right\}. \quad (17)$$

При наклонном падении света происходит затухание не только вдоль нормали к волне, но и в самой плоскости волны. Затухание вдоль волны будет тем больше, чем больше угол  $\chi$ , то есть чем больше угол падения  $\theta$ . Таким образом, затухание вдоль поверхности волны определяется коэффициентом  $k_\theta \sin \chi$ , тогда как затухание по нормали к волне пропорционально  $\cos \chi$  и определяется коэффициентом  $k_\theta \cos \chi$ .

В таблице 2.1 приведены зависимости  $n_\theta$  и  $k_\theta$  от угла падения и оптических характеристик  $n$ ,  $k$  для различных металлов рассчитанные по формулам (14, 15). Из таблицы 2.1 видно, что для железа и платины

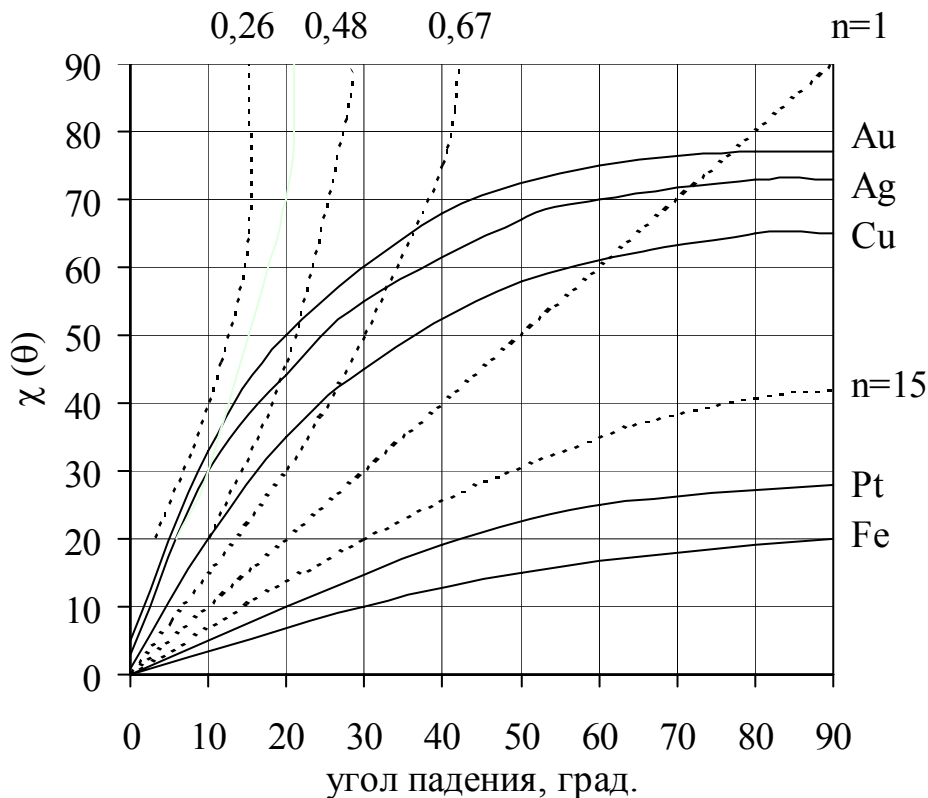
Таблица 2.1.

Зависимость оптических постоянных металлов от угла падения.

Металл	n	k	$n_\theta$							
			$\theta=10^\circ$	$\theta=20^\circ$	$\theta=30^\circ$	$\theta=40^\circ$	$\theta=50^\circ$	$\theta=60^\circ$	$\theta=70^\circ$	$\theta=80^\circ$
Железо	3,03	1,78	3,04	3,04	3,04	3,05	3,06	3,06	3,07	3,07
Платина	1,99	2,03	2,00	2,01	2,02	2,04	2,07	2,09	2,11	2,12
Медь	0,48	2,61	0,51	0,59	0,69	0,79	0,89	0,98	1,04	1,08
Серебро	0,35	1,79	0,39	0,49	0,60	0,72	0,83	0,92	0,99	1,03
Золото	0,26	2,16	0,31	0,43	0,56	0,69	0,80	0,90	0,97	1,01

изменения  $n_\theta$  от угла падения хотя и заметны, но не слишком значительны. Следовательно, в этом случае приближенно справедлив обычный закон Снеллиуса. В случае же меди, серебра и золота изменения  $n_\theta$  от угла падения гораздо значительнее, причем у этих металлов главный показатель преломления меньше единицы.

Зная  $n_\theta$  для указанных веществ, можно из закона преломления вычислить действительные углы преломления  $\chi$ , соответствующие различным углам падения  $\theta$ . Строя на одном графике углы  $\psi$  (по закону Снеллиуса) и  $\chi$  как функцию угла падения можно наглядно определить отклонения от закона Снеллиуса (рис. 2.3). Таким образом, каждому показателю преломления соответствуют две кривые – сплошная определяет действительное поведение металла; пунктирная представляет соотношения для прозрачного тела с таким же главным показателем

Рис. 2.3. Зависимость истинного угла падения  $\chi$  от угла падения.



преломления. Кривые для железа и платины практически совпадают, так что пунктирные кривые для них не показаны.

Прямая закона Снеллиуса для  $n=1$ , соответствующая  $\theta=\psi$  пересекает сплошные кривые для меди, серебра и золота следовательно для этих металлов существует отличный от нуля угол падения, при котором угол преломления равен углу падения, то есть луч в двух случаях проходит через металл не испытывая преломления [41]. Значение этого замечательного угла можно определить по формуле:

$$\sin^2 \theta = 1 + \frac{n^2 k^2}{n^2 - k^2 - 1}. \quad (18)$$

Подставляя сюда значения  $n$  и  $k$  для рассматриваемых металлов, находим соответствующие углы падения  $\theta_{Cu}=62.9^\circ$ ,  $\theta_{Al}=71.9^\circ$ ,  $\theta_{Au}=76.2^\circ$ . Из этого следует, что для металлов с  $n < 1$  явления полного внутреннего отражения не возникает, так как для них угол преломления не достигает значения  $\chi=90^\circ$ .

Приведенные выше соотношения для расчета оптических характеристик тонкопленочных систем (11) можно использовать для расчетов и при наклонном падении света, если ввести представления об эффективном показателе преломления  $\hat{n}$  и эффективной фазовой толщине  $\hat{\phi}$ . Эти понятия не имеют физического смысла, и их введение в определенной степени подменяет строгое последовательное рассмотрение реальной структуры электромагнитного поля в многослойной пленочной системе. Однако их использование приводит к математически корректным результатам, а также полезно в том отношении, что позволяет ввести сравнительно простую форму записи и сформировать одну компактную систему уравнений, к решению которой сводится расчет любых свойств тонких пленок. При наклонном падении необходимо учитывать также направление колебаний векторов поля. При этом следует рассматривать только два независимых направления, поскольку все остальные в силу принципа суперпозиции можно представить как линейную комбинацию этих двух. Будем рассматривать: 1)  $p$ -поляризацию, при которой вектор напряженности электрического поля находится в плоскости падения и 2)  $s$ -поляризацию, при которой это вектор расположен перпендикулярно плоскости падения.

Пусть угол падения равен  $\theta_0$ . Тогда косинус угла падения на каждую границу раздела между слоями многослойной системы определяется по следующей формуле:

$$\cos \theta_j = \sqrt{1 - \frac{n_0^2 \sin^2 \theta_0}{\tilde{n}_j^2}}. \quad (19)$$

Исходя из представления об эффективном показателе преломления  $\hat{n}$  и эффективной фазовой толщине  $\hat{\phi}$ , вводятся следующие соотношения:

$$\hat{n}_j = \tilde{n}_j \cos \theta_j \quad - \text{ для } s\text{-поляризации,} \quad (20)$$

$$\hat{n}_j = \frac{\tilde{n}_j}{\cos\theta_j} \quad - \text{ для } p\text{-поляризации и} \quad (21)$$

$$\hat{\phi}_j = \tilde{\phi}_j \cos\theta_j \quad - \text{ как для } s\text{-, так и для } p\text{-поляризации.} \quad (22)$$

Отметим, что если  $\theta_j$  превышает значение критического угла для случая вещественного показателя преломления, то величина  $\cos\theta_j$  и, следовательно,  $\hat{n}$  и  $\hat{\phi}$  будут чисто мнимыми. Это – случай слоя с нарушенным полным внутренним отражением, который может рассматриваться в рамках той же формальной схемы.

При этом выражение для  $\cos\theta_j$  имеет следующий вид:

$$\cos\theta_j = \sqrt{\frac{\sqrt{p_j^2 + q_j^2} + p_j}{2}} - i\sqrt{\frac{\sqrt{p_j^2 + q_j^2} - p_j}{2}}, \quad \text{где} \quad (23)$$

$$p_j = 1 + (k_j^2 - n_j^2) \left( \frac{n_0 \sin\theta_0}{k_j^2 + n_j^2} \right)^2, \quad q_j = -2n_j k_j \left( \frac{n_0 \sin\theta_0}{k_j^2 + n_j^2} \right)^2.$$

Раскладывая приведенные выражения для  $\hat{n}$  и  $\hat{\phi}$  на действительную и мнимую части можно подставить их значения в приведенные выше выражения для элементов матриц интерференции слоев и формулы R, T.

Пример программы расчета оптических свойств многослойных интерференционных покрытий приведен в приложении 1. В программе рассчитывается энергетический коэффициент отражения R, энергетический коэффициент пропускания T и коэффициент поглощения A, а также изменение фазы при отражении  $\rho$  и пропускании  $\tau$ . Расчет этих величин может производиться в зависимости как от длины волны, так и от оптических постоянных любого слоя ( $n$ ,  $k$  и  $d$ ). Также предусмотрен расчет оптических постоянных при наклонном падении света (для  $s$ - и  $p$ -поляризации) с возможностью рассмотрения выходных данных как функций от угла падения. В программу может вводиться как геометрическая  $d$ , так и оптическая толщина слоев  $nd/\lambda_0$  (где  $\lambda_0$  – центральная длина волны). Для расчетов покрытий имеющих высокую дисперсию предусмотрена возможность учета линейной дисперсии главного показателя преломления и главного показателя поглощения слоев.

Данные расчетов представляются в графическом и табличном виде. Для упрощения последующей обработки результатов расчетов данные расчетов сохраняются в формате совместимом с Microsoft Excel. Программа имеет простой dos интерфейс позволяющий задавать и изменять как конструкцию системы, так и параметры расчета. Конструкции систем могут быть сохранены или вызваны из файла. Результаты расчетов помимо сохранения в \*.dif файле и естественно просмотра на мониторе могут быть выведены на печать в виде таблицы или графика (при использовании дополнительной программы печати).

Для использования данной программы достаточно перенести ее текст в среду Qbasic, или компилировать с помощью turbobasic v1.0. Однако по приведенным выше формулам расчет можно проводить и в Microsoft Excel. Пример расчета для трехслойного интерференционного покрытия приведен в приложении 2.

Однако здесь следует осветить некоторые специальные вопросы, возникающие при практическом применении теории тонких пленок. Так для некоторых применений в случае наклонного падения света желательно знать полные относительные интенсивности падающего, отраженного и прошедшего пучков света. Коэффициент отражения при этом будет одним и тем же независимо от того, определен ли он через полные поля или через их тангенциальные компоненты. Тогда как коэффициенты пропускания будут различаться, если показатели преломления полубесконечных сред по обе стороны многослойной системы не одинаковы. Если ввести для коэффициента пропускания, выраженного через полные поля, обозначение  $T'$ , то для любого состояния поляризации в практически важном случае правой полубесконечной среды (рис 2.1) с вещественным показателем преломления  $n_\ell$ , можно воспользоваться следующими формулами [38]:

$$T' = \frac{\cos \theta_0}{\cos \theta_\ell} T = \frac{n_\ell \cos \theta_0}{\sqrt{n_\ell^2 - n_0^2 \sin^2 \theta_0}} T . \quad (24)$$

В большинстве практических случаев наклонного падения плоскость поляризации света не совпадает с плоскостью падения и не перпендикулярна ей. Тогда необходимо рассчитывать интенсивности отраженного и прошедшего лучей для  $s$ - и  $p$ -поляризаций, а затем уже по ним определять истинные коэффициенты отражения и пропускания. Представляют интерес следующие случаи:

1) плоскость поляризации падающего света расположена под углом  $\delta$  к плоскости падения, при этом  $R = R_p \cos^2 \delta + R_s \sin^2 \delta$  , (25)

$$T = T_p \cos^2 \delta + T_s \sin^2 \delta . \quad (26)$$

2) падающий свет эллиптически поляризован; относительные амплитуды  $s$ - и  $p$ -компонент составляют  $\varpi_p$  и  $\varpi_s$ , тогда

$$R = \frac{\varpi_p^2 R_p + \varpi_s^2 R_s}{\varpi_p^2 + \varpi_s^2} , \quad T = \frac{\varpi_p^2 T_p + \varpi_s^2 T_s}{\varpi_p^2 + \varpi_s^2} . \quad (27)$$