CNEN/SP

Ipen Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

TECNOLOGIA DE FILMES FINOS

Nitson Dias Vieira Junior Ermelindo Ambrósio a Spero Penha Morato

PUBLICAÇÃO IPEN 94

JANEIRO/1986

او د

ISSN 0101 3084

<u>.....</u>

.....

JANEIRO/1986

PUBLICAÇÃO IPEN 94

- ---- ----

TECNOLOGIA DE FILMES FINOS

Nilson Dias Vieira Junior, Ermelindo Ambrósio e Spero Penha Morato

DEPARTAMENTO DE MATERIAIS ESPECIAIS

CNEN/SP INSTITUTO DE PESOUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES SÃO PAULO - BRASIL Serie PUBLICAÇÃO IPEN

.... -

INIS Categories and Descriptors

A13 30

ANTIREFLECTION COATINGS COATINGS LASER CAVITIES LASER MIRRORS OPTICS QUANTUM ELECTRONICS VAPOR DEPOSITED COATINGS

Publicação aprovada pala CNEN em 25/09/85

Nilson Dias Vieira Junior, Ermelindo Ambrosio e Spero Panha Morato

RESUMO

Foi implantado no Departamento de Processos Especiais um laboratónio de produção de filmes finos para aplicações ópricas na pesquisa ou na industria. O desenvolvimento, desta competência sécnica foi uma consequência da nacessidade interna da obtanção de espelhos dialétricos para lasars filtros de interferência e camadas antireflétoras ém janetas e tentes. Estes componentes ópricos, já são produzidos de forma rotineira e e física destes processos á descrita no presenta trabalho hem como são apresentados resultados já obtidos com o sistema que foi instalado.

THIN FILMS TECHNOLOGY

ABSTRACT

It was implanted a thin films deposition facility in the Special Process Department. The mein purpose for this was to produce optical coatings for research and development, due to our needs of high relifectance coatings for leter micrors as well as antireflecting coating and special optical filters. The paper describes the basic physical underlying their micrors are well as antireflecting coating and special optical filters. The paper describes the basic physical underlying their micrors are well as an interflecting coating and special optical filters. The paper describes the basic physical underlying their micrors are well as an interflecting coating and special optical filters. The paper describes the basic physical underlying their micrors are well as an interflecting optical for the production of these coating. Results on some of the routinarely produced coatings are also described.

I INTRODUÇÃO

Para o estudo de fenomenos óticos é essencial a utilização de elementos simples como lentes ou elementos de alta sofisticação como redes de difração filtros de alta resolução polarizadores etc. Um grande avanço no desempenho desses elementos foi conseguido com a utilização de filmes finos pa ra controlar a refletividade desses elementos em faixas espectrais definides e com dependencia na sua polarização. A utilização de filmes finos em superficies ópticas vai desde a deposição de uma camada até conjuntos de cincoenta ou mais camadas dependendo do tipo de aplicação desejada. Em particular filmes finos tem um papel extremamente importante na parte óptica de ressonadores para a obtenção de fasers onde a refletividade dos espelhos e dos elementos opticos internos ao ressonador devem ser obtidos com o maior rigor. Para a obtenção desses filmes foi implantado na APE um laboratório de eva poração de filmes finos, onde procura se adaptar e desenvolver essa tecnologia.

11 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Para se determinar o efeito de filmes finos sobre um dado material chamado normalmente de substrato consideramos inicilamente a incidencia de uma onda plana sobre um maio de índice de refra ção n₁ proveniente de um maio de indice de refração n₀. Consideramos os maios anvolvidos como sen do isotrópicos e homogenios. Aplicando as equações de *Maximell e as* condições de contorno que ditam a continuidade de E e H campos elétrico e magnético, respectivamente, obtemos a seguinte relação para a refletividade^[1]

$$\mathbf{E}_{\mathbf{r}} = \frac{\mathbf{E}_{\mathbf{r}}^{*}}{\mathbf{E}_{\mathbf{t}} = \mathbf{E}_{\mathbf{t}}^{*}} \qquad (1)$$

onde

$$\Gamma = \frac{n_0 - n_1}{n_0 + n_1}$$
(2)

na inclutência normal a transmissão T é dada por

para substratos a filmas não absorventes. Para o caso de uma interface ar/vidro (n₁ = 1.5) a refletividade é da 4% por interface, independente do comprimento de onda (Figura 1)



Figure 1 — Diagrama da Configuração de Campos na Interface de Meios com Indice de Refração n_o e n_1 , θ = Ángulo Incidente ϕ = Ángulo Refratado E = Amplitude do Campo Elétrico

No caso de um unico filme não absorvente ocorrem fenomenos de interferencia devido as mul tiples reflexões dentro do filme, como pode ser visto na Figura 2



Figura 2 -- Diagrama da Configuração de Campos de um Filme de Espessura d₁ e Indice de Refração n₁ Separando Meios de Indice de Refração n₂ e n₂ E Designa as Vérias Amplitudes de Cempo Elétrico

Os campos elétricos refletidos são definidos por

$$E_{r}^{3} = E_{1}r_{1}$$

$$E_{r}^{2} = t_{1}t_{2}r_{2}\exp(-2\theta_{1})$$

$$E_{r}^{3} = t_{1}t_{2}r_{2}^{2}r_{1}\exp(-4\theta_{1})$$
(3)

onde

$$\vartheta_{1} = \frac{2\Pi}{\lambda} n_{1} d_{1} \cos(\phi_{1})$$
(4)

onde 31 é a diferença de caminho óptico pelo percurso da onda dentro filme

Calculando se a soma dos campos elétricos resultantes e tomando se a razão dos vetores de Poynting incidente e refletido tem se

$$R = \frac{r_1^2 + 2r_1 r_2 \cos(2\theta_1) + r_3^2}{1 + 2r_1 r_2 \cos(2\theta_1) + r_1^2 r_2^2}$$
(5)

onde

$$r_{1} = \frac{n_{0} - n_{1}}{n_{0} + n_{1}} , \quad t_{1} = \frac{2n_{0}}{n_{0} + n_{1}}$$

$$r_{1} = \frac{n_{1} - n_{2}}{n_{1} + n_{2}} , \quad t_{2} = \frac{2n_{1}}{n_{1} + n_{2}}$$
(e)

Desse expressão uma relação interessante é obtida para filmes de espessura tal que na incidencia normal

$$\eta_{\rm c} = \lambda/4$$
 (7)

(frimes de um quarto de ondal Nesse caso $\partial_{ij} = \pi/2$ e a relação 5 se torna

$$\mathbf{R} = \left(\frac{\mathbf{r}_1 - \mathbf{r}_2}{1 - \mathbf{r}_1 - \mathbf{r}_2}\right)^2 \tag{8}$$

Déssa expressão obtem-se que se r₁ = r₂ e refletividade é NULA. Esse condição impõe que

Pera materiais como o vidro com índice de relação $n_a = 1.5$ e sendo $n_0 = 1.0$ tem se que $n_1 = 1.22$ Na prática einda não se dispõe de materiais com propriedades adequades isto é não absorvente com boa aderência e resistente a abrasão com esse índice de refração É necessário se utilizar materiais com índice de refração aproximedo que deixam uma refletividade residual

Da mesma maneira que se pode diminuir a refletividade pode-se aumentá la aumantando-se o índice de refração do filme sendo que os materiais existentes impõe o limite dessa aplicação

Para um maior numero de camadas ir lo tratamento teórico é feito por matrizas^{12,31} onde se toma a relação entre os vetores elétrico e magnético de uma onde plana num dado meio e dessas rela ções obtem-se

$$\begin{bmatrix} \mathbf{B} \\ \mathbf{C} \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{j=1}^{r} \begin{bmatrix} \cos \delta_j & (i \sin \delta_j)/\eta_j \\ i\eta_j \sin \delta_j & \cos \delta_j \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_i \end{bmatrix}$$
(10)

onde n. é o índice de refração do substrato

onde as grandezas acima usadas já foram descritas para um filme na relação 4. A expressão da refletivi dade obtida é

$$R = \frac{(\eta_0 | B - C) \times complexo \ conjugado}{(\eta_0 | B + C) \times complexo \ conjugado}$$
(11)

onde $\eta_0 = \eta_0/\cos{(\phi_0)}$ para ondas com campo elétrico contido no plano de separação dos meios e $\eta_{
m o}=n_0^+\cos{(\phi_{
m p})}$ para campo magnético contido no plano de separação. Para efeitos computacionais essa abordagem é bastante adequada pois envolve multiplicação de matrizes 2 x 2

A partir dessa análise pode se determinar as configurações para reduzir ou aumentar a refletivi dade de uma dada superficie

De particular interesse são os desenhos de filmes de duas camadas em que sa pode obter refle tividades nulas em comprimentos de onda bem determinados. Para isso utiliza se camadas com espessura multipla de um quarto de onda. Nessa condição se a relação

$$\mathbf{n}_1^2 = \mathbf{n}_2^2 - \mathbf{n}_0^2/\mathbf{n}_s$$

for obedecida tem se uma refletividade nula em $\lambda_{
m o}=4$ n d. Essa configuração é chamada tipo -V. (4). como mostrado na Figura 3



Figura 3 — Disposição de Filmas para a Construção de um Anti Reflator Tipo - V - A Espessura das Ca madas é de um Quarto de Onda In, - Indices de Refração dos Vários Meios

Existem ainda putros ripos de coatings de 2 camadas onde a relação de aspessura é de maneira tal que haja o casamento dos índices de refração e a obtenção de refletividade nula. Uma aplicação que produz uma região de baixa refletividade e apresenta 2 zeros na refletividade é obtida guando os filmes obadecem a relação

$$\mathbf{n}_{\mathrm{r}} \mathbf{d}_{\mathrm{r}} = \lambda_{\mathrm{n}}/4 \quad \mathbf{e} \quad \mathbf{n}_{\mathrm{n}} \mathbf{d}_{\mathrm{s}} \simeq \lambda_{\mathrm{n}}/2 \tag{12}$$

Uma combinação mais atraente é obtiça por uma configuração de tres filmes de índices de retração que obedecem a relação

$$n_{1} \quad d_{2} = \lambda_{0}/4$$

$$n_{2} \quad d_{2} = \lambda_{0}/2$$

$$n_{3} \quad d_{3} = \lambda_{0}/4$$

$$n_{1}^{2} \quad n_{4} = n_{2}^{2} \quad n_{0}$$
(14)

Б

Com essa combinação é possível se obter refletividades inferiores a 0.5% em uma regrão espectral bas tante ampla. Em particular pode se diminuir a refletividade em todo o espectro visível

Alem desses casos é interessante mencionar que para a obtenção de espelhos altamante refle tores usa se alternar filmes de materiais com alto e baixo indice de refração todos com espessura de um quarto de onda. O máximo de reflatividade para esse conjunto. Figura 4 é dado pela expressão

$$\mathbf{R} = \left(\mathbf{n}_{\rm H} - \frac{\left(\mathbf{n}_{\rm H}\right)^{2n}}{\left(\mathbf{n}_{\rm L}\right)^{2n-1}}\right) = \left(\mathbf{n}_{\rm H} + \frac{\left(\mathbf{n}_{\rm H}\right)^{2n}}{\left(\mathbf{n}_{\rm L}\right)^{2n-1}}\right)$$
(15)

, de

onde n é o numero de camadas de índice de refração alto. A região de alta refletividade coberta por essa configuração compreende uma meia largura dada a seguir⁽²⁾

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{2}{\pi} \sin^{-1} \left(\frac{n_{\rm H} - n_{\rm L}}{n_{\rm H} + n_{\rm L}} \right)$$
(16)

Dassa maneira além de se poder obter espelhos de alta refletividade pode se ainda obter transmissões controladas com intervalos de refletividade determinados



Figura 4 -- Esquema de uma Configuração Altamente Refletora de Filmês com Espessura de um Quarto de Onda n_H = Indice de Refração Alto in_L = Indice de Refração Baixo

Pode se ainda obter filtros da banda passante com combinações de camadas com espessuras (ortavo de onda/quarto de onda/ortavo de onda) que podem assumir a forma

> $n_{\rm H} = /n_{\rm I} / n_{\rm H} = {\rm fitros \ passa \ alta}$ $n_{\rm L} = /n_{\rm H} / n_{\rm L} = {\rm fitros \ passa \ baixa}$

6

ಹ್ರಾ

Uma das maiores aplicações de filmes finos é na confecção de filtros tipo FABRY PEROT⁽⁵¹⁾ que contém basicamente dois conjuntos de camadas refletoras separados por um meio de espessura de meia onda. Esses filtros podem apresentar até uma meia largura de 3nm com transmissões maiores que 50%

7

III ARRANJO EXPERIMENTAL

Dentre as técnicas possiveis para a produção de filmes finos a que possui maior facilidade de utilização e reprodutibilidade quiidade dos filmes obtidos é a de evaporação em alto vácuo¹⁶⁾ Para isso o laboratório conta com um evaporador comercial que consiste de um sistema de alto vácuo produ zido por um conjunto de bombas difusora e mecanica convencional que bombeiam ume campanule onde está disposto o sistema de evaporação Para evitar a contaminação do sistema existe um cold trap entre o conjunto bombeador e a campanula. Esse sistema permite atingir uma pressão de até 5 x 10⁻⁶ torr em duas horas de bombeamento. Um esquema do conjunto encontra se na Figura 5



- Figura 5 Desenho Esquemático do Sistema de Vácuo do Evaporador 1) Campánula 2) Bomba Difusora 3) Bomba Mecânica 4) Válvulas 5) Termopares 6) Medidor Bayard Alpert 7) Medidor Penning 6) cold trap e baffle
 - O sistema de evaporação consiste de
 - a fontes de evaporação
 - b sistemas gemométrico de suporte dos substratos
 - c sistemas de monitoração da deposição dos filmes
 - d sistema de aquecimento dos substratos e de medição de temperatura
 - e limpeza de substratos por glow discharge

A FONTES DE EVAPORAÇÃO

Para cada tipo de material e ser evaporado é para cada tipo de aplicação devem ser utilizados fonte e cadinho adequados⁽⁷⁾. Para a maior parte dos materiais de evaporação utilizados em aplicações de filmes finos em optica é suficiente que se utilize fontes de aquecimento resistivo ou por feixe de elé trons

Afonte de aquecimento resistivo é mais adequada para materiais de baixa temperatura de evepo ração (definida como sendo a temperatura i tal que a pressão de vapor de material é da ordem de 10⁻² torr) e que não reagem quimicamente com o cadinho. Nesse método uma massa de material é colocada num cadinho e o conjunto é aquecido pela passagem de corrente elétrica. A vantagem desse método é que a fonte como um todo se aquece e normalmente o material se funde tendo uma emissão bástante una forme. A principal desvantagem é contaminação do filme devido ao aquecimento do cadinho assim co mo a possível reação química entre o cadinho e o material a ser evaporado. O sistema que dispomos pode dissipar até 6kW de potencia

Disportos além do aquecimento resistivo de cinco fontes de evaporação por feixe de elátrons que permite o aquecimento localizado do material a ser evaporado e pode dissipar potencias de até 2KW Essa potencia é suficiente para evaporar materiais como tungstenio e carbono podendo alcançar tempe raturas de até 3.500°C

Devido a alta potencia dissipada no aquecimento por feixe de alétrons pode ocorrer em alguns casos a dissociação das moléculas do material a ser evaporado. O controle dessa potencia é importante para determinar a taxa de deposição e para taxas baixas esse tipo de evaporação apresenta algumas dificul dades. Além disso seu feixe é localizado podendo modificar a forma da fonte durante e evaporação di ficultando a monitoração de espessura do filme. Esse problema pode ser contornado variando se a regi ão do material exposta ao feixe. Uma vantagem associada a esse método de evaporação é que somente o material a ser evaporado é aquecido permitindo a obtenção de camadas de alta pureza. Um esquema da montagem do sistema é mostredo na Figura 6.

B SISTEMA DE MONITORAÇÃO DA ESPESSURA DOS FILMES DEPOSITADOS

O método que dispomos para a determinação da espessura dos filmes depositados é o da medi da da variação de freguencia de um cristal oscilador. Esse cristal tem uma freguencia própria de vibração que é função de sua espessura e essa freguencia é alterada linearmente com a deposição de um filme sobre sua superfície. A medida dessa variação é feita e determina se a espessura do filme depositado^[8]. No caso o cristal apresenta uma resolução de 0.1 nm/cm² o que é suficiente para a utilização em aplicações ópticas onde erros de até 1% são tolerados na maior parte dos casos⁽⁹⁾. A vantagem desse sistema de medida de espessura é a sua grande precisão e linearidade o que permite facilmente o controle da taxa de evaporação. A taxa de evaporação influencia a compactação dos filmes o que determina o índice de refreção da camada e portanto a espessura óptica. O controle dessa taxa é importante para se obter repro dutibilidade na evaporação⁽¹⁰⁾. Essa é a maior limitação para essa tipo de medida pois é necessário calibrar o sistema cuidadosamente para relacionar a espessura física com a espessura óptica inclusive levando em consideração a variação do índice de refração mesimo quando expostos a atmosfera⁽¹¹¹⁾. Além disso é citado na literatura⁽¹²⁾ que certos materiais tem uma mudança de índice de refração dependente da sua espessura fisica que deve ser considerada na confecção dos mesmos



Figura 6 – Desenho Esquemático da Geometria de Evaporação 1) Porta Substrato 2) glow discharge
3) Fonte de Alta Tensão 4) Obturador 5) Aquecedor de Substratos 6) Fonte de Corrente
7) Cristal Oscilador 8) Pré Amplificador e Monitor de Espessura 9) Programador
10) Controlador 11) Fonte de Feixe de Elétrons 12) Cadinhos para Evaporação por Fei
xe de Eletrons 13) Cadinho para Evaporação por Aquecimento Resistivo 14) Fonte de
Corrente 15) Médidor Penning 16) Campanula 17) Termopar 18) Milivolt/metro

C SISTEMA GEOMÉTRICO DE SUPORTE DOS SUBSTRATOS

Para suportar os substratos uma base giratoria foi construida de maneira a permitir o posiciona mento de um substrato por vez e que pode conter até 6 substratos. Desse maneira pode se trocar o substrato a ser exposto ao feixe sem ser necessário a quebra do vácuo. Esse sistema garante uma posição simétrica ente o monitor de espassura e o substrato. Esse posicionamento foi necessário devido a variações da geometria de evaporação quando um material e evaporado por feixe de elétrons. Nessa simetria cilín drica tanto o monitor como o substrato estão sujeitos as mesmas variações de fluxos do feixe e portanto a relação entre a espassura medida e a espassura obtida no substrato é mantida.

O sistema ainda permite um controle do tempo de exposição do substrato ao feixe pela utiliza ção de um obturador automático que somente atua sobre o substrato. Isto possibilita ao monitor o acom panhamento da avaporação tanto no processo de desgasificação da fonte, como após a obturação do feixe

D SISTEMA DE AQUÉCIMENTO DE SUBSTRATO

A utilização de um sistema de aquecimento de substratos é necessário para o controle da con densação do filme durante a evaporação^[1,3] Assim como a taxa de deposição a temperatura do subs trato influencia fortemente o processo de condensação afetando a compactação do filme e portanto a calibração do sistema além da modificação das propriedades mecanices do mesmo tais como a sua durabilidade^[1,4] Com esse sistema pode se ainda aquécer o substrato antes da evaporação para desgasi ficá lo aumentando assim a aderencia dos filmes. O controle de temperatura é feito por maio de um ter mopar em contacto com o substrato

E LIMPEZA DE SUBSTRATOS POR GLOW DISCHARGE

Para aumentar a aderencia dos filmes sobre os substratos utiliza se uma limpeza por descarga in candescente (glow discharge) Para produzir esse plasma de limpeza no nosso sistema a pressão deve estar em torno de poucas centenas de torr e uma tensão de aproximadamente 1 500V deve ser aplicada gradualmente formando o plasma. Os ions que são contidos nesse plasma chocam se com a superfície do substrato transferindo energia para as moléculas adsorvidas liberando as e portanto preparando uma superfície limpa para posterior deposição do filme^(1,5). Esse tratamento dura da ordem de 30 minutos

Os filmes produzidos usando se as tecnicas descritas acimal são caracterizados pela medida do espectro de transmissão com a utilização de um espectrofotometro Cary 17 D que permite medidas no intervalo espectral de 200 nm ate 3000 nm com uma resolução de até 0.1 Å. Para se efetuar medidas na região do infravermelho utiliza se um espectrofotometro Perkim Elmer modelo 180 que cobre o in tervalo espectral desde 2.5 μ até 180 μ . Deve se salientar que para caracterizar completamente os filmes dave se medir tabém os espectros obtidos por reflexão¹²¹.

IV RESULTADOS

Dentre os materiais dielétricos transparentes na região visível do espectrol destecem se como os que apresentam boas características oplicas e mecanicas

MATERIAL	INDICE DE REFRAÇÃO	TFUSÃO (°C)
MgF ₂	1 38	1266
ZnS	2 3	1850
Na ₃ AIF ₆	1 35	1000
PbF2	1 76	855
Al ₂ O ₃	1 63	2046
ZrO ₂	2 05	2700
SiO ₂	1 46	1713
T ₁ O ₁	2 3	1775

Tabela I

Além desses existem outros⁽¹⁶⁻¹⁷⁾ que apresentam propriedades adequadas para formação de filmes

A calibração de alguns desses materiais foi feite evaporando se um filme com especisiva tal que apresentasse uma estrutura na região visive) do espectro. Conhecendo se o índice de refração do material sólido^(1,8) e medindo se o espectro de transmissão do filme obtido, a espessura fisica foi determinada. Dessa maneira a espessura física foi obtida da relação 7. As constantes que relacionam o deslocamento das frequencias e espessura dos filmes foi obtida, para alguns, materiais, e encontram se na tabela abaixo.

Tabela	11
--------	----

MATERIAL	CONSTANTE DE CALIBRAÇÃO	
ZnS	12B	
[MgF1	231	
Al ₂ O ₃	180	
Na ₃ AIF ₆	204	
ŹrQ ₂	118	

Um espectro típico obtido para um unico filme de ZnS encontra se na Figura 7. Nesse espectro nota se a presença de dois máximos de refletividade, nos comprimentos de onda de 735 nm e 460 nm. As refletividades obtidas foram de 31% e 35%, respectivamente



Figura 7 — Espectro de Transmissão de um Filme de ZnS Sobre um Substrato de BK7 (n = 1.52)
 A Curva I Designa a Linha de T = 100% a Curva 2 Designa a Transmissão do Substrato a Curva 3 é a Curva Característica do Filme

Pelos máximos de refletividade obtem se o índice de refração com e expressão 8 para os com primentos de onda multiplos de quarto de onda. Obteve se para esses comprimentos de onda os índices da refração de 2.3 e 2.4 respectivamente e portanto pela expressão pode se obter as espessuras físicas correspondentes. Nesse caso a espessura obtida foi de 240 nm o que corresponde a um máximo em $\lambda_{0}/5 = 460$ nm. Esse resultado está de acordo com a referencia⁽⁹⁾ cujos autores também observaram a mudança do indice de refração com a espessura de ZnS depositada

O espectro mostra que o minimo de refletividade do filme não coincidiu com a refletividade apresentada pelo substrato sem o filme o que indica que esse filme apresenta uma absorção nessa região espectral. A refletividade devenia ser coincidente e pois teoricamente

$$\mathbf{R}_{nub} = \mathbf{R}_{nub} \left(\frac{\lambda_p}{2n+2} \right) \tag{17}$$

Esse deslocamento pode ser devido a pequena absorção que o ZoS apresenta para camadas mais grossas conforme notado na referencia^(1,4) Analogamente ao método acima foram calibrados os mate riais descritos na Tabela II

Notou se que filmes produzidos com òxidos apresentam uma resistencia mecanica extremamente alta sendo necessário para remove los um banho ácido ligeiramente aquecido. Já no caso do ZnS os pri meiros filmes produzidos apresentavam uma desagregação após algumas horas de exposição a atmosfera. Testes foram feitos para melhorar a aderencia do filme e determinou se que é necessário ismpar inicial mente o substrato com uma descarga incandescente^(1,3) e evaporáilo com uma taxa de no mínimo 10 Å/ com feixe de elétrons¹¹⁴¹. Nessas condições o filme policristalino assume uma estrutura cubica e não absorve água. Os filmes assim obtidos apresentam uma durabilidade bem maior sem maiores cui dados.

Em particular, os filmes feitos com MgF₂ apresentam ótima resistência mecanica e são usados até como protetores de camadas de alumínio (hard coating). Um detalhe especial do filme de MgF₂ é que seu índice de refração varia com a condensação do filme⁽¹³⁾ e deve se aquecer o substrato até uma tem peratura de 360°C, onde a compactação é a mais alta

Para evaporação de outros materiais com outros intervalos de transparencia é necessário inves tigar sempre os melhores métodos de evaporação la melhor taxa de formação la temperatura de subs trato e o coeficiente de dilatação térmica do filme em relação ao substrato e aos outros filmes⁽¹⁹⁾

Com essa calibração foram feitas algumas calibrações de filmes anti refletores para regiões espec trais bem determinadas. Um tipo muito utilizado de locating anti refletor é o do tipo. Vi cujo compro misso de espessura foi obtido usando dados da refili (4). O filme foi feito com a combinação mostrada na Figura 8. Esses materiais foram escolhidos pois não apresentam absorção apreciável na região de 250 nm até o infravermelho proximo.

Um espectro de transmissão de uma superficie com essa combinação pode ser vista na Figura B

O coating foi desenhado para sa obter um mínimo de reflexão em 600 nm e observa-se um desiocamento do minimo assim como uma refletividade residual de 1%. Esse efeito é devido a um com promisso não ajustado das espessuras ópticas dos filmes⁽⁴⁾. Efeitos desse tipo são principalmente cau sados por desvios na espessura optica do filme de baixo indice de refração. Um desvio de somente 4% pode ocasionar esse comportamento. A provável causa desse resultado foi que o MgF₂ em contacto com o ar absorve água e adquire um índice de refração de aproximadamente 1.38 seu índice de refração no material sólido. As calibrações anteriores não levaram esse fato em consideração e portanto foi introdu zido um erro no desenho

Uma combinação de filmas mais efetiva e que cobre uma região mais ampla do espectro e que portanto permite uma margem de erro maior é do tipo encontrado na Figura 9 e apresenta dois zeros na refletividade. Lavando isso em consideração foram feitos filmes enti refletores para um comprimento de onda de 453 nm. O espectro obtido encontra-se na Figura 9 e corresponde ai duas superfícies com filmes anti refletores. A refletividade original era de 7.3% portanto foi reduzida de 15 vezes.



COMPREMENTO DE ONDA (nm)

Figure 8 — Espectro de Transmissão da um Anti Refletor do Tipo V - A Curve 3 é e Transmissão dos Filmes sobre o Substrato as Curvas 1 e 2 são Descritas na Figura 7. Na Inserção Está Mos trado o Esquema das Camadas



Figura 9 — Espectro de Transmissão de um Anti Refletor que Possul 2 Zeros. A Designação das Curves é a Mesma da Figura 7. Na Inserção Está Mostrado o Esquema das Camadas

Foi feita tembém essa combinação para o comprimento de onda de 350 nm e os resultedos obtidos não foram tão bons. Deve se atribuir esse resultado a qualidade da superfícia do substrato e também ao tipo de limpeza utilizado⁽²⁰⁾. A refletividade residual obtide nessa região foi de 3% portanto somente um fator de 2 do: conseguido

Uma série de outras configurações foram também confeccionadas a saber

 a) Espelhos de alta refletividade em substratos planos Basicamente essa configuração é do tipo substratos /n_H/n_L/ /n_H/n_L/n_H/ar

For ferto um filme de nove camadas alternadas de ZnS e MgF₂ cercado por ZrO₂ ne regi ão ao substrato e próximo ao ar. O espectro de transmissão obtido encontra-se na Figura 10



Figure 10 — Espectro de Transmissão de um Conjunto de 9 Camadas Conforme o Texto. A Curva 1 é e Transmissão do Substrato sem. Coating la Curva 2 Corresponde ao Conjunto Numa Transmissão de 0 a 100% e a Curva 3 é a do Conjunto. Numa Transmissão de 0 a 10%

Observou se um desvio de 8% no comprimento de onda desejado mas como o filme apre senta uma largura de mais de 100 nm a refletividade esperada nesse comprimento de on da foi obtida. Além disso la refletividade máxima esperada era de 99.75% e a obtida foi de 99.25% portanto com um erro de 0.5% considerado bom para esse trpo de experimento A transmissão de 0.75% era desejada pois essa espelho foi feito para ser usado como aco plamento de saida de um laser de baixo ganho.

 b) Espelho altamente relfetor de 17 camadas que cobre a região de 350 a 500 nm (vide Figura 11 Novamente utilizou se ZrO₂ para aumentar a aderância e a resistência do conjuni to A transmissão foi nula na região escolhida



Figura 11 — Espectro de Transmissão de um Conjunto de 17 Camadas Conforma Descrito no Texto A Curva 1 é a linha base (T = 100%) a Curva 2 é a Transmissão Característica do Conjunto

c) Um fritro benda passanta^(16,21) a o espectro ancontra-se na Figura 12. O numero de camadas utilizado foi 5 quando em garal á utilizado um conjunto da 30 ou máis camadas para essa aplicação. Apesar disso nota-se perfeitamente a característica de transmissão para a parte de comprimentos de onda mais altos do espectro pois o filtro foi construido para sar transmissor a pertir de 450 nm. Pode-se melhorar o corte desse tipo de filtro au mentando-se o numero de camadas.



Figura 12 - Espectro de Transmissão de um Filtro na Configuração Descrita no Texto

17

V CONCLUSÕES

Um sistema de deposição de filmes finos por evaporação foi implantado sendo que pera melho rar o controla dos filmas depositados um conjunto de acessórios foi instalado. Alguns matariais apropri edos para a confecção de filmes com aplicações ópticas foram utilizados e o sistema foi calibrado de manei ra e controlar a espessura óptica dessas camadas dentro de 5%. Com essa resolução produziu-se filmes anti refletores de duas camadas que permitiram reduzir a refletividade de uma superfície por um fator de 15 Para se conseguir uma maior diminuição dessa refletividade – os fanomenos físicos associados a deposi ção assim como a qualidade óptica das superfícies e a qualidade da limpeza devem ser mais cuidadosa mente estudados. Além disso, está se desenvolvendo um programa computacional para simular as várias configurações possívais e analisar as consequencias de erros ne espessura física e índice de refreção dos filmes. O programa já permite cálculos de refletividade para incidencia normal. Configurações de camadas para espelhos de alta refletividade apresentaram uma menor dependencia nesses parametros e conse guiu se obter espelhos com refletividade de 99.9% sendo que espelhos metálicos só atingem a 96% na região espectral do visível. Esses espelhos já podem ser utilizados como componentes ópticos de resso nadores. Para complementar sua utilização é necessário determinar 🗈 dependencia angular dessas cama das o que será permitido pelo programa computacional. Configurações mais complexas também serão estudadas e confeccionadas como a do filtro de banda passante já construído

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1	HEAVENS O S Optical properties of thin solid films London Butterworths 1955 p 46 95
2	COUTTS T J ed Active and passive thin film devices New York Academic 1978 Cap 8
3	HASS G ed Physic of thin solid films New York Academic 1963 p 69 120
4	Hass G & THUM E R eds Physics of thin films New York Academic 1964 p 239 303
6	FOWLES G R ed Introduction to modern optics New York Holt Rinehart 1975 p 85103
6	HEAVENS O S Optical properties of thin solid films New York Butterworths 1955 p.6.23
7	BEHRNDT K H ed The sloan notebook si sid (Relatório interno)
₿	HASS G & THUM R E Physics of thin films New York Academic 1966 p153
Ø	HEAVENS O S Optical properties of thin solid filmes New York Butterworths 1955 p 207 54
10	MACLEOD H A Monitoring of optical coating Appl Opt 20(1):82.9 1981
11	PULKER H K & JUNG E An investigation of the evaporation process of dielectric materials Thin Solid Films <u>4</u> 219 1969
12	GUENTHER K H Physical and chemical aspects in the application of thin films in optical elements Appl Opt 23.3612.32 1984
13	RITTER E & HOFFMANN R influence of substrate temperature on the condensation of vacuum evaporated films of MgF ₂ and ZnS J Vac Sci Technol 6_733.5_1969

14 BANGERT H & PFEFFERKORN H Condesation and stability of ZnS thin films on glass substrates Appl Opt 19(23) 3878 9 1980

16 HASS G & RUDOLF E T Physics of thin films New York Academic 1967 p190

- 16 ARECCHI F T & SHULZ DUBOIS E D eds Lever handbook Amsterdam North Hollend 1972 v 1 p 899 921
- 17 NUSSBAUM P Contemporary optics for scientists and engineers Englewood Cliffs N J Prentice Heli 1975 p 182/98
- 18 WEAST R C ed Handbook of chemistry and physics 53 ed Boca Raton Florida Chemical Rubber 1972 73
- 19 POLKER H K & MASER J The origin of mechanical stress in vacuum deposited MgF₂ and ZnS films Thin Solid Films. <u>59</u>:65:76-1979
- 20 GUENTHER K H Color variations of A R coatings caused by a leached layer on the substrate Appl Opt 20(1) 48 53 1981
- 21 THELEN A Avoidance or enchancement of polarization to multilayer J Opt Soc Am 70 118 21 1979

IPEN-CNE SP 25 ABR 1980 BIBLIDECA