

光学镀膜仪的监控稳定性研究*

许世军^{1,2}, 任小玲³

(1 西安工业大学 数理系, 陕西 西安 710032; 2 西安交通大学 理学院, 陕西 西安 710049;
3 西安工程大学 计算机学院, 陕西 西安 710048)

摘 要: 光学镀膜仪的膜厚监控稳定性影响着镀膜的合格率, 并且对镀膜经验控制, 膜系修正和自动化系统开发有重要的意义。对真空镀膜仪进行4种薄膜系列的膜厚监控实验, 建立一套稳定性评价体系, 获取镀膜仪的稳定性指标。将修正的方差分析方法、不确定度分析方法、标准偏差与相对偏差方法和线性回归方法等综合起来, 用6项指标从各个方面对光学薄膜厚度监控的稳定性做出评判, 甚至对膜厚控制精度和特征波长做出分析。实验结果表明: 上述的综合评价体系是合理的; 多层膜比单层膜的监控稳定性稍差一些, 膜层材料对稳定性的影响比较大, 膜厚控制精度的标准偏差 $\leq 0.45\%$; 薄膜层数对膜厚控制精度没有明显的影响, 甚至多层膜比少层膜的控制精度要高, 出现了“中心层”效应; 用线性回归方法可以估计实际镀膜的特征波长长移量。

关键词: 光学薄膜; 膜厚监控稳定性; 综合评价指标; 方差分析; 标准偏差; “中心层”效应

中图分类号: TM 938.8; O 484.5

文献标识码: A

文章编号: 1002-0322(2006)06-0054-04

Monitoring stability of optical thin-film deposition tester

XU Shi-jun^{1,2}, REN Xiao-ling³

(1 Department of Mathematics & Physics, Xi'an Technological University, Xi'an 710032, China;

2 School of Science, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China; 3 School of Computer,
Xi'an Polytechnic University, Xi'an 710048, China)

Abstract For optical thin-film deposition tester, the stability in monitoring thin-film thickness affects the acceptance rate of films and is important to empirical control, film series modification and development of intelligent deposition system. By the tester, a series of the experiments of monitoring thin-film thickness were done to four sorts of films with a set of evaluation systems set up to obtain stability indexes of the tester. Integrating the modified variance analysis, uncertainty analysis, standard deviation and relative deviation with linear regression analysis, the stability in monitoring thin-film thickness are evaluated with six indexes showing different requirements. In addition, the control precision of thin-film thickness and variation of characteristic wavelength are analyzed. The experimental results showed that the evaluation system designed is very reasonable but the stability in monitoring multi-layer film is comparatively imprecise than mono-layer film. The film material often greatly influences the stability. The standard deviation of monitoring precision that controls the monitoring thin-film thickness is equal to or less than 0.45%. The number of film layers has no obvious effect on the monitoring precision and, usually, the monitoring precision of multi-layer film is higher than few layer film, i.e., an intermediate layer effect is found. All the deviations of characteristic wavelength are estimated via linear regression analysis in actual thin-film deposition.

Key words: optical thin-film; stability in monitoring thin-film thickness; integrated evaluation index; variance analysis; standard deviation; intermediate layer effect

膜厚监控的稳定性问题是指, 对同一膜系在相同的工艺条件下(真空度、基底温度、基片、蒸发速率和膜厚仪预热时间等)进行多次重复镀膜, 来考察镀膜的重复性。

光学薄膜在多通道光纤、激光陀螺、DWDM 光

通信等高新技术领域中发挥着越来越重要的作用^[1], 相应地对薄膜系统设计和镀膜技术有更高的要求, 其中, 薄膜厚度的准确监控直接影响着薄膜的透、反射光谱特性和偏振特性^[2], 尤其是在薄膜工业中, 镀膜的稳定性(重复性)甚至比膜层厚度控制的

收稿日期: 2006-04-29

作者简介: 许世军(1971-), 男, 陕西省韩城市人, 副教授, 在读博士。

* 基金项目: 陕西省教育厅专项科研计划项目(06JK283), 兵器工业科研基金项目(zz9682-3)。

精度还重要,因为它直接决定了镀膜的成品率或合格率,进而影响了企业的生产效率。一些新的膜厚监控系统^[3,4]关注的重点是膜层厚度控制的精度,而此精度与镀膜的稳定性相关,因此对镀膜的稳定性甚至是控制精度,建立比较全面、合理的评价方法,获取镀膜仪的稳定性指标,不仅对提高镀膜的合格率,而且对镀膜经验控制、膜系修正和自动化系统开发有重要的意义。

1 不同系列膜厚监控稳定性测试实验

膜厚监控稳定性测试实验强调的是工艺条件的一致性。研究中,在2 mm厚的双面抛光K9一级玻璃($n=1.52$)上,用典型的DMD-700J型真空镀膜仪镀 $\lambda/4$ 的4种薄膜系列A、B、C、D各若干块,然后统一用132-0353型光谱分析仪进行透射率的光谱测定。该光谱分析仪的 $\Delta\lambda=0.02\%$,并且仪器的误差是均匀分布,则仪器的B类不确定度为 $U_B=3^{(-1/2)}0.02\%$ 。

实验数据记录有:每次监控时的透射率过正量 Δ_T ,反射率相对误差 γ ,膜层光学厚度的相对偏差 P ,650 nm监控波长处的光谱分析仪测定的透射率值 x ,光谱分析仪测定的特征波长 λ_{maxT} (nm)或 λ_{minT} (nm)。

A系列是ZnS($n=2.35$)单层膜10块,工艺条件均为:真空度为 $p=8\times10^{-3}$ Pa,基底温度 $T=187^\circ\text{C}$,阻蒸(升华) $I=395$ A, $U=185$ V,膜厚仪预热10~15 min。B系列是MgF₂($n=1.45$)双层膜8块,工艺条件均为:真空度为 $p=6.5\times10^{-3}$ Pa,基底温度 $T=187^\circ\text{C}$,预熔后液态蒸发 $U=250$ V,膜厚仪预热18 min。C系列是ZnS($n=2.45$)三层膜7块,工艺条件均为:真空度为 $p=9.0\times10^{-3}$ Pa,基底温度 $T=187^\circ\text{C}$,阻蒸(升华) $I=400$ A, $U=190$ V,膜厚仪预热17 min。D系列是ZnS($n=2.45$)、MgF₂($n=1.45$)的HLHL膜系7块,工艺条件均为:真空度为 $p=9\times10^{-3}$ Pa,基底温度 $T=187^\circ\text{C}$,预熔后液态蒸发MgF₂($U=240$ V),阻蒸(升华) $I=395$ A, $U=185$ V,膜厚仪预热17 min。

2 膜厚监控稳定性分析、评价方法

比较合理的评价方法要求能够真实反映监控稳定性,同时要求有可操作性、全面性,以及对镀膜经验控制、膜系修正和自动化系统开发有指导意义。研究提出,将方差分析方法、不确定度分析方法、标准偏差与相对偏差方法和线性回归方法等综合起来,共同对膜厚监控稳定性做出评判。

2.1 方差分析的修正

方差表征了变差大小的统计平均值,优点是既

能充分利用测试数据所提供的信息,又避免了对测定数目的依赖性,而且对一组测定值中偏离平均值较大的测定值反映灵敏,在实际工作中有利于对异常值与因素的判断。除此之外,方差具有加和性,可确定随机因素与试验条件改变对测定结果的影响以及各因素影响的大小。因此,方差分析^[5]是处理数据的一种非常有用的方法,可用于均匀性检验,拟合优度分析,判断试验因素效应等。在膜厚监控稳定性研究中采用方差分析方法进行 F 检验,就是一种理想的评判方法。

在方差分析理论中,对 m 个样本各进行 n 次测试,要求 $n\geq2$,否则属于实验误差的自由度为0,且方差估计值不存在。而在本研究的实验中,薄膜透射率的测量采用了精度非常高的光谱分析仪(Recording Spectrophotometer, Made in Japan, 132-0353, 透过率的允许误差为 0.02%),无需进行 $n\geq2$ 次的测量,而是进行单次测量($n=1$)。为此提出以下修正思想:将单次测量值认为是2次测量的均值,则总测量次数为 $mn=2m$, $f_G=m-1$, $f_E=m(n-1)=m$, $f_T=mn-1=2m-1$, Q_E (变差平方和)采用光谱分析仪的最大允许误差 $\Delta\lambda$ 来计算。则 Q_E 、 Q_G 分别为

$$Q_E = \sum_{j=1}^m \sum_{i=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2 = \sum_{j=1}^m \sum_{i=1}^2 \Delta\lambda^2 = 2m \Delta\lambda^2 \quad (1)$$
$$Q_G = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^{n_i} (\bar{x}_i - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^2 (x_i - \bar{x})^2 = 2 \sum_{i=1}^m (x_i - \bar{x})^2 \quad (2)$$

因此有方差分析格式表1。

表1 方差分析格式表

Table 1 Variance analysis

方差来源	变差平方和	自由度 (f)	方差估计值 $\sigma^2=Q/f$	F 的计算值	$F_\alpha(f_G, f_E)$ 与显著性
分组因素	Q_G	$f_G = m - 1$	$\frac{Q_G}{m - 1}$	$Q_G/(m - 1)$	$F_\alpha(f_G, f_E)$
实验误差	Q_E	$f_E = m(n - 1) = m$	Q_E/m	Q_E/m	α
总和	Q_T	$f_T = mn - 1 = 2m - 1$			

表1中 $F_\alpha(f_G, f_E)$ 是临界值, α 是置信限。用 F 的计算值与临界值的比较来说明“显著性差异程度”,若计算值与临界值相差越大,说明一致性越差。在本研究中采用了高置信限($\alpha=0.01$)。

2.2 标准偏差与相对偏差方法

用监控波长处的透射率 x (光谱分析仪测量得到)的标准偏差可以描述光学薄膜厚度监控的重复性。先求出 x 的均值,再由下式

$$S_A = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{m(m - 1)}} \quad (3)$$

得到透射率的标准偏差 S_A 。尽管该指标不直接是光学薄膜厚度监控的重复性评价指标,但对于在监控波长附近的光谱特性的评价比较方便。

对于膜层光学厚度的精度可以通过反射率相对误差 $\gamma=\Delta R/R$ 表示^[4]

$$p=\Delta(nd)/nd=2\sqrt{\gamma}/(\pi\sqrt{|s|})$$

(4)

其中,对A、B、C、D系列膜层来说 s 分别为-0.593、-0.386、-0.593、0.8681。(4)式给出的是在极值点停镀时产生的光学厚度的相对偏差,若采用过正控制,光学厚度相对偏差将比(4)式小得多。用 p 表示各次镀膜的膜厚控制精度,在过正控制中,它主要体现了过正控制的过正程度。

对于每次镀膜的膜厚控制精度指标 p ,采用类似于(3)式的方法可得到各次膜厚控制精度的标准偏差 S 。它体现了厚度控制的重复性,与(3)式的区别是,它针对“膜厚控制精度”,而(3)式针对“透射率”。因此, S 可以作为厚度控制重复性的重要指标。

2 3 不确定度分析方法

不确定度分析是实验测试必须要考虑的。若用

表2 不同膜系的膜厚控制稳定性对比表

Table 2 Comparison of monitoring stability to multifarious film series

综合评价的各指标	A 系列薄膜	B 系列薄膜	C 系列薄膜	D 系列薄膜
方差分析的差异程度	7.91> $F_{0.01}(9,10)=4.94$	63.33> $F_{0.01}(7,8)=6.18$	26.55> $F_{0.01}(6,7)=7.19$	47.79> $F_{0.01}(6,7)=7.19$
透射率的标准偏差 S_A	0.087%	0.178%	0.390%	0.622%
透射率的不确定度 U	0.088%	0.179%	0.390%	0.623%
膜厚控制精度的标准偏差 S	0.125%	0.450%	0.260%	0.124%
膜厚控制精度 p	1.385%	4.580%	1.210%	1.101%
过正量对特征波长的影响	$\lambda_{\min T}=(651+3.6\Delta)\text{nm}$	$\lambda_{\max T}=(457+7.5\Delta)\text{nm}$	$\lambda_{\min T}=(650+2.4\Delta)\text{nm}$	$\lambda_{\max T}=(610+3.5\Delta)\text{nm}$

“方差分析的差异程度”是对DMD-700J型真空镀膜仪膜厚控制稳定性的一致性检验,可以作为稳定性评价的一个间接参考指标。A、C系列薄膜一致性相对比较好,B系列薄膜一致性相对较差。主要是因为相对于ZnS膜层MgF₂膜层的过正量比较难控制,且存在每一层的累积误差,加之方差分析对于较大的偏差非常灵敏。

表2中的前三个指标都是针对监控波长处的,对于在监控波长附近的光谱的稳定性评价比较方便,其中“透射率的标准偏差 S_A ”和“透射率的不确定度 U ”可以替换。由这三个指标可以看出膜层越多监控的稳定性越差,当然也要考虑膜层材料的因素。

相对于前三个指标,“膜厚控制精度的标准偏差 S ”则是对膜层光学厚度监控稳定性评价的直接参考指标。实验发现,多层膜比单层膜的监控稳定性要稍差一些,但膜层材料对稳定性的影响却比较大。

综合评价方法也可以对镀膜“膜厚控制精度”做出评判。除过膜层材料因素以外(例如:B系列是MgF₂),薄膜层数对膜厚控制精度没有明显的影响,

不确定度来表示,则在监控波长处,各块薄膜透射率的不确定度由A类不确定度和B类不确定度构成,其中A类不确定度就是透射率的标准偏差 S_A 。因此,监控波长处薄膜透射率的不确定度 U 为

$$U=(S_A^2+U_B^2)^{1/2}$$

(5)

显然, U 可以替代透射率的标准偏差 S_A 来描述光学厚度监控的重复性。

2 4 线性回归方法

若将过正控制中的过正数的末位记为 Δ ,则用线性回归的方法可得到特征波长 $\lambda_{\max T}(\text{nm})$ 或 $\lambda_{\min T}(\text{nm})$ 的估计曲线。由此可以分析过正量 Δ 对特征波长的影响,进而对过正控制中的光谱变化做出预测。同时,此结论对估计实际镀膜的特征波长长移量有指导意义。

3 稳定性分析结果

用上述的综合评价方法对膜厚监控的稳定性进行分析,结果见表2。

甚至多层膜比少层膜的控制精度要高,这与镀膜的过正控制技术中的“补偿效应”有关。实验又发现,多层膜监控中第1层膜的控制精度往往不高,但整个膜系的控制精度却比较高,这说明了 $\lambda/4$ 多层膜系的光谱特性对中心层厚度误差最灵敏,而对最外层最不灵敏,有“中心层”效应。

用线性回归方法得到特征波长 $\lambda_{\max T}(\text{nm})$ 或 $\lambda_{\min T}(\text{nm})$ 的估计曲线,对于分析过正量 Δ 对特征波长的影响,估计实际镀膜的特征波长长移量有指导意义。

4 结论

将方差分析方法、不确定度分析方法、标准差与相对偏差方法和线性回归方法等综合起来,从各个方面对光学薄膜厚度监控的稳定性做出评判,建立一套合理的评价指标体系,并将该评价指标体系应用于DMD-700J型真空镀膜仪镀制的4种薄膜系列。研究表明:多层膜比单层膜的监控稳定性要稍差一些,但膜层材料对稳定性的影响却比较大;薄膜层数对膜厚控制精度没有明显的影响,甚至多层膜比

少层膜的控制精度要高,有“中心层”效应;用线性回归方法可以估计实际镀膜的特征波长长移量,等等。这些稳定性指标,对提高镀膜的合格率,镀膜经验控制,膜系修正和自动化系统开发有重要的意义。

本研究曾得到西安工业学院韩军教授的帮助。

参考文献:

- [1] 孙大雄,菊池和夫,蔡旭阳,等 DWDM 窄带滤光片用高精度光学膜厚仪[J] 光学仪器,1999,21(4-5):130-136

- [2] Macleod H A. Monitoring of optical coatings[J] Appl Opt, 1981, 20 (1): 94-99
- [3] Shijun XU. Development of dual-light path monitoring system of optical thin-film thickness [J] Journal of China Ordnance Society, 2005, 1(1): 77-82
- [4] 许世军 光学薄膜厚度实时监测系统研究[D] 西安工业学院光电科学与工程系, 2002 4
- [5] 邓勃 分析测试数据的统计处理方法[M] 北京:清华大学出版社, 1995 5

第三届真空获得技术培训班圆满结束

第三届真空获得技术培训班于2006年9月15~20日在上海成功举办。

2006年9月15日上午8点,上海华盈元博大酒店会议厅里座无虚席,红幅醒目,由中国真空网举办的“第三届真空获得技术培训班”开幕式在这里隆重举行。中国真空网站长、上海惠丰石油化工有限公司董事长惠进德,上海凯尼真空设备有限公司总工程师姜燮昌,淄博真空泵厂有限公司董事长兼总经理、中国通协真空设备行业分会副理事长黄毅,复旦大学教授杨锡良,上海凯尼真空设备有限公司总经理宋文浩,浙江真空泵厂有限公司总工程师张宝夫,淄博真空设备厂有限公司总工程师徐法俭,上海真空泵厂有限公司总经理周敏,上海阀门二厂有限公司总经理胡仲安,总工程师程品玉,阿尔卡特高真空科技(上海)有限公司高级工程师胡强,原上海真空泵厂教授级高工何璧生,上海智洪真空设备有限公司总经理赵洪等出席开幕式。中国真空网站长惠进德致开幕词。在开幕词中,惠先生谈到,此次培训班是中国真空网成功举办第一、二届真空获得技术培训班及第一届真空镀膜技术培训班之后的第三届真空获得技术培训班。从创办伊始,中国真空网就以弘扬真空科学精神,普及真空科学知识,传播科学方法,拓宽真空科技领域方面的信息交流为宗旨,努力为真空科技界,企业界搭建相互交流的平台。正是基于这样的宗旨,我们在2006年的工作计划中就把开办此次培训班作为重点工作,我们力争通过培训和技术交流等各类活动来提升我国真空获得设备生产企业的产品竞争力,缩短我国的真空获得技术和产品与国外先进技术和产品的差距,探索新技术、新工艺、新方法,以此来满足我国真空获得设备行业的需求。开幕式上,上海凯尼真空设备有限公司总工程师姜燮昌,淄博真空泵厂有限公司董事长兼总经理黄毅,阿尔卡特高真空科技(上海)有限公司高级工程师胡强代表嘉宾和老师讲话,开幕式后全体学员、嘉宾、老师合影留念。

本次培训汇集了国内14个省市,近80名真空界的专家和学员,大家聚集到这里,共同探讨真空技术。我们为此感到十分欣慰。这次培训班参与的企业除国内各类真空获得设备生产厂家外,也有一些大专院校,科研院所也派来科研人员深造学习。参与的企业还有一些外资的大型企业,如法国的阿尔卡特、德国的莱宝等等。在大家热情的参与下,我们的培训班获得了圆满成功;参加学习的人员顺利取得由中华人民共和国人事部监制,中国继续教育联合学院印发的《继续教育证书》。

在各位讲师和学员的大力支持下,本届培训班得以顺利举办。学员们在六天的培训活动中表现活跃,积极参加每项活动,无论在课堂中还是在现场参观的实习过程中,每个学员都有强烈的求知愿望,他们都非常认真地对待此次培训;各位讲师也毫无保留的与学员交流心得体会,每位讲师发言完毕都得到了雷鸣般的掌声,并慷慨的留下联系方式与学员在课后作长期沟通交流。为了促进培训工作长足发展和服务工作日趋完善,在本届培训班即将结束之际,中国真空网向每位学员发放服务反馈表,听取宝贵的建议。从反馈信息的统计分析中,可以看出本次活动得到了学员及讲师的一致好评,并希望经常举办类似的培训活动。当然培训班也存在一些不足之处,在课程安排和活动安排上有待改进。

通过举办此次培训班活动,我们力争提高真空获得技术应用领域内的企业管理人员、技术人员、维修和操作人员及经销商的专业理论和实践水平。中国真空网培训部同仁将认真总结经验,把真空技术培训班越办越出色,越办越专业。

中国真空网代表学员向姜燮昌、杨锡良、何璧生、徐法俭、赵洪、张宝夫、徐成海、徐玉江、邹蒙、陈登科、程品玉、惠进德、胡强、陈建沪等14位老师的精彩授课表示衷心的感谢!

(中国真空网 供稿)

欢迎订阅2007年《铁合金》杂志

《铁合金》杂志是国家科委、国家新闻出版署批准公开发行的科技期刊,由吉林铁合金有限责任公司主办,是我国铁合金行业唯一具有一定权威性的专业技术期刊,也是我国冶金工业类学科的全国中文核心期刊。本刊已连续多年入选为中国科技论文统计源期刊。

《铁合金》杂志主要介绍我国铁合金工业及其相关行业的生产技术、科学试验、理论研究、经营管理、市场信息、工艺、产品、设备的开发与更新,质量监督以及环境保护与综合利用、元素检测等方面的经验成果,并及时报道国内外先进技术和发展动态。

《铁合金》杂志为双月刊(大16开48版),双月月底出版,单价10元/本,全年每份订价60元(含邮费)。若需挂号,全年另加收挂号费18元。订户可通过邮局订阅或直接汇款至编辑部,汇款单和回执上请注明所订数量及收件人姓名、详细地址及邮编。未尽事宜请与编辑部联系。本刊常年订阅。邮发代号:12-309。

开户行:吉林省吉林市工行哈达支行

帐号:0802210609200024543

帐户:吉林市信达铁合金信息咨询有限公司

《铁合金》编辑部地址:吉林市和平街21号

邮编:132002 电话:0432-2707586 传真:0432-2711665

(《铁合金》编辑部)