

文章编号: 1004-485X(2004)02-0037-04

光学薄膜制备技术

司磊 王玉霞 刘国军

(长春理工大学 高功率半导体激光国家重点实验室, 长春 130022)

摘要: 本文综述了光学薄膜制备技术的发展与现状, 着重介绍了真空蒸镀、离子辅助沉积、离子束溅射等传统与现代技术, 包括工作原理、发展以及应用情况。

关键词: 光学薄膜; 沉积; 溅射

中图分类号: O484.4⁺1 **文献标识码:** A

实验室制备光学薄膜通常采用物理气相沉积法 (Physical Vapor Deposition, PVD): 有传统的真空蒸镀法 (Vacuum Evaporation, VE), 包括电阻蒸镀、电子束蒸镀; 也有新出现的荷能离子镀膜方法, 包括离子辅助沉积 (Ion Assisted Deposition, IAD)、低压反应离子镀 (Low-voltage Reactive Ion Plating, LVRIP or RLVIP)、等离子辅助沉积 (Plasma Assisted Deposition, PAD)、磁控溅射、离子束溅射 (Ion Beam Sputtering, IBS) 等。

制备技术的优劣是通过薄膜产品的性能来体现的, 一般是看薄膜的光学常数 (n , k)、附着力、硬度、应力和稳定性等。好的制备技术, 其介质膜产品的折射率 n 、消光系数 k 应达到或接近块体材料的数值, 附着力强, 硬度高, 应力在不可能消除的情况下最好是压应力, 能够适应长期存放和不同的使用环境。考虑到生产效率的问题, 在保证薄膜厚度和光学常数均匀的情况下, 沉积面积应尽量大, 沉积速率不能过低。

1 电阻蒸镀与电子束蒸镀

真空蒸镀法是在真空 ($\sim 10^{-3}$ Pa) 条件下通过加热使薄膜初始材料气化, 材料的蒸汽沉积在温度较低的基片上, 形成所需要的薄膜 (图 1), 是最基本的成膜方法之一。它的发展主要体现在蒸发源技术上: 早期用的都是电阻蒸发源, 即用钨、钼、钽等难熔金属或石墨做成电阻蒸发器, 材料放在蒸发器中, 由于温度有限和高温下材料与蒸发器化学反应的原因, 可供使用的镀膜材料很少; 后来出现了电子枪蒸发源, 材

料放在有水冷的坩埚里, 通过聚焦的高能电子束轰击进行局部加热, 解决了温度和反应的问题, 扩大了材料的选择范围。

通常, 真空蒸镀选用与薄膜组分相同的初始材料。例如为了得到铝膜, 使用纯铝作初始材料, 通过提高蒸发室的真空度来抑制材料与残余气体的化学反应, 以减少膜层中的杂质。这种做法对镀金属膜一般是有效的, 对化合物薄膜, 由于各化学组分的蒸发速率和沉积速率不同, 薄膜组分往往偏离正常的化学当量 (如氧化物失氧), 这是造成光学吸收较大的一个重要原因。为了解决这个问题, 在蒸镀时可通入适量的 O_2 、 N_2 等活性气体, 利用化学反应来补充因材料热分解而易失去的 O、N 等成分, 这称为反应蒸镀 (Reactive Evaporation, RE), 其工作气压略高, 约 $(8 \sim 9) \times 10^{-3}$ Pa。这种工艺扩大了初始材料的选择范围, 例如为了得到 TiO_2 薄膜, 不仅可以用 TiO_2 , 还可以用 Ti_3O_5 、 Ti_2O_3 、 TiO 等。

真空蒸镀法具有较长的历史, 在实验室里研究得比较透彻, 形成了许多成熟的工艺。这种方法沉积速率高, 沉积面积大, 生产效率高, 另外设备和操作也比较简单, 是实验室和工业生产中制备薄膜的主要技术手段。

不过, 真空蒸镀法的缺点也是非常突出的, 用这种方法制备的薄膜

- 1) 聚集密度小 ($0.8 \sim 0.95$), 折射率比块体数值偏低;
- 2) 容易吸附残余气体和水汽, 光学吸收大, 时效性差;

收稿日期: 2003-07-10

基金项目: 高功率半导体国家重点实验室基金项目 (991536, 3ZS3604)

作者简介: 司磊, 男 (1971-), 博士, 讲师, 主要从事薄膜光学与激光技术研究。

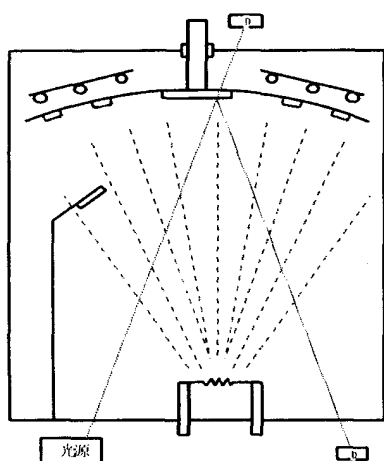


图1 真空蒸馏示意图

- 3) 表面、界面不平整, 体内散射、表面散射大;
- 4) 应力高, 各向异性;
- 5) 硬度低, 附着力小, 牢固性差。

薄膜的宏观性质取决于其微观结构^[1-2]。研究证实, 在真空蒸镀法中, 大部分材料的薄膜采取的是岛状生长模式, 在形成薄膜的过程中, 单体在基片表面的迁徙能力非常关键, 它对薄膜的结构有直接影响。由于蒸气粒子的入射动能很低 (仅具有热运动动能, $\sim 0.1\text{eV}$), 在基片表面的迁移率非常有限, 再加上有择优生长方向和阴影效应 (当蒸汽斜入射时, 已沉积的原子对未填充点的遮挡), 最后形成的膜层内部呈“柱体+孔洞”状疏松结构, 与块体材料大相径庭, 这是造成上述薄膜性能缺陷的根本原因。

为了改善薄膜的性能, 通常在蒸镀时给基片加热或照射紫外线, 镀后在空气中进行烘烤处理, 不过这些措施的使用范围和效果都非常有限, 无法从根本上解决问题。后面将要介绍的几种荷能离子技术由于在材料气化、飞行、入射、沉积成膜的某一阶段使材料粒子能量增加而基本消除了薄膜的“柱体+孔洞”结构, 使薄膜性能大为改善。

2 离子辅助沉积

IAD 是在真空蒸镀薄膜的同时, 用具有一定能量、方向和束流密度的大面积均匀离子束轰击基片, 使薄膜改性 (图 2)。离子束是由单独的气体放电离子源产生的, 离子的能量、束流密度、入射方向可以独立调节, 离子的种类则由使用的工作气体决定, 可以是惰性气体 (一般是氩气), 也可以是反应气体 (一般是氧气) 或者二者的混合物。

1971 年, Hetimann 首次报导了 IAD 工艺^[3], 引起人们的注意, 但由于当时适用于 IAD 的离子源尚处于发展、完善阶段, 整个七十年代对 IAD 的研究进展不

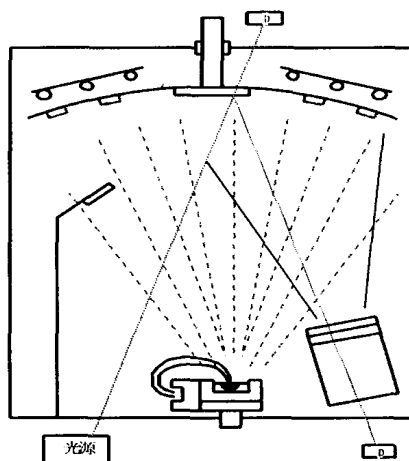


图2 离子辅助沉积示意图

大。到了 1983 年, Martin, Macleod 等人^[4]用 e^- 电子枪、Kaufman 离子源研究了 SiO_2 、 TiO_2 、 ZrO_2 膜, 测量了薄膜的聚集密度和光学吸收, 并用 ZrO_2 - SiO_2 制备了中心波长漂移小于 1nm 的干涉滤光片, 为后来的工作奠定了基本的模式。此后国际上出现了研究 IAD 的热潮, 围绕各种材料、各种波段、各种用途开展了大量的研究工作^[5-10]。

宽束离子源是 IAD 技术的关键。很长一段时间里, 直流激励热阴极 Kaufman 离子源^[18-29]是 IAD 的标准装备, 它主要存在以下问题:

1) 金属对膜层的污染。由于离子的溅射, 阴极灯丝 (钨)、中和极灯丝 (钨) 和栅网都会对膜层产生金属污染。实验已经发现, 随着离子能量和束流强度的增加, 薄膜中钨的含量也增加^[30]。介质膜中的金属会显著增加膜的消光系数 (或吸收系数), 在对吸收敏感的场所, 这个问题是不容忽视的。

2) 只能用惰性气体, 反应气体会使离子源的寿命缩短。

3) 沉积面积小。由于束流均匀性不理想, 实际可用的沉积区域面积受到限制, 这与具体设备有关。

宽束离子源技术发展很快, 目前射频激励的离子源^[31]已逐渐投入使用, 它不需要灯丝, 可使用 O_2 、 H_2 等反应气体, 出口有圆形的, 也有矩形的。

由于 IAD 技术的沉积面积太小, 目前主要用于实验室进行基础研究或小批量新产品开发。

3 低压反应离子镀

低压反应离子镀 (图 3) 是在热蒸镀的同时, 由一个独立的低电压、大电流等离子源向蒸发室提供等离子体, 实现它与坩埚之间的弧光放电, 使蒸发材料分子或原子电离。浸在等离子体中的绝缘基片或基片架表面形成鞘层电场, 使离子加速沉积到基片表面。由于受到电场的加速作用, 其动能很高 (几十 eV),

而且化学活性高，有利于发生化学反应。RLVIP 的设备主要是由热蒸镀设备和等离子源组成，其中热蒸镀设备要做一些改动。实现低电压、大电流弧光放电的方法很多，较为广泛采用的是热阴极弧光放电，主要代表是 Balzers 公司推出的 BAP 800 型镀膜机。

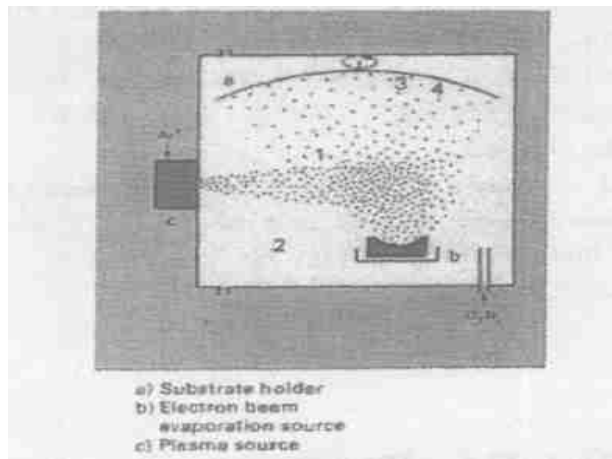


图 3 低压的反应离子镀示意图

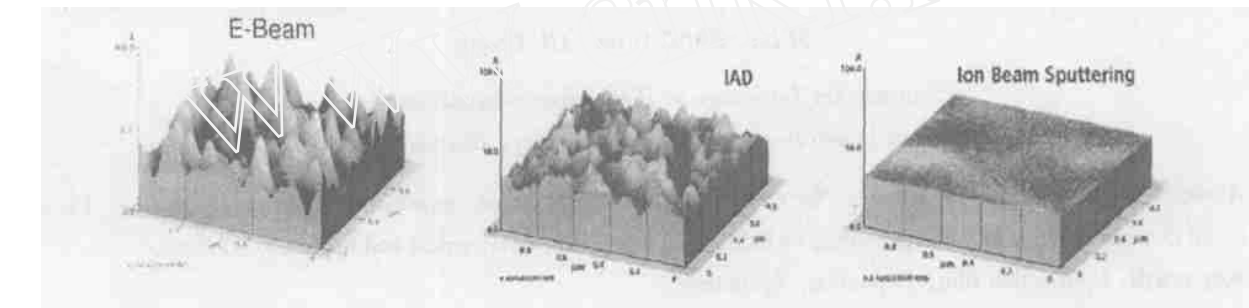


图 5 功率~电流曲线测试装置示意图

低压反应离子镀的优点是膜层结构致密，硬度高，附着力强，同时均匀区面积大，适合工业化生产。其局限性在于只适用于蒸汽导电性好的材料，对膜层的污染问题没有解决好。

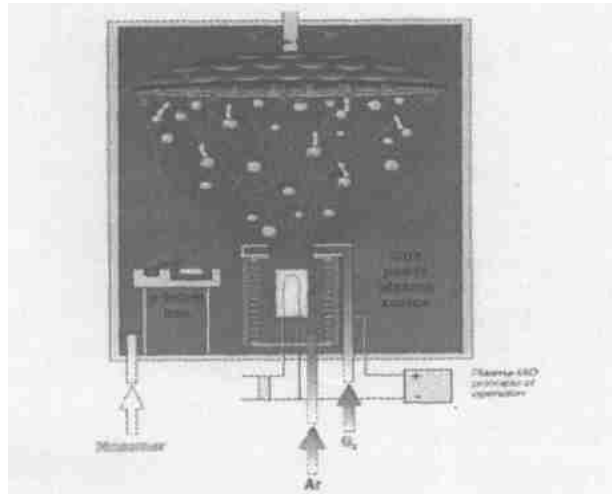


图 4 等离子辅助示意图

4 等离子辅助沉积

这种技术介于离子辅助沉积和低压反应离子镀之间，由世界著名的 Leybold 公司开发（图 4）。

5 磁控溅射

磁控溅射是用高能离子轰击靶材，溅射出的粒子在基片上沉积成膜。离子由气体放电（DC 或 RF）产生，用磁场约束电子，提高电离率。直流激励可以制备金属膜，射频激励还可以制备介质膜。

由于溅射出的粒子动能很高，使得膜层结构致密，硬度高，附着力强。其缺点是工作压强较高，膜层易被污染；一般没有光学厚度监控系统，不适于制备多层介质膜。

6 离子束溅射

IBS 是用高能量（~1keV）的离子轰击靶（薄膜

原材料），产生溅射作用，溅出的粒子（主要是中性粒子）沉积到附近的基片上成膜。由于溅射粒子的动能（几 eV~十几 eV）比蒸发粒子的动能（~0.1eV）大得多，再加上通入反应气体，有效的克服了 VE 的缺点，薄膜光、机性能大为改善。还可以再装一个低能宽束离子源，同时实施 IAD 工艺，即用高能离子轰击靶，用低能离子轰击基片，这称为双离子束溅射（DBS）。

IBS 的优点是膜层结构致密，硬度高，附着力强，而且非常干净。其局限性是沉积速率略低，均匀区面积较小（直径 300mm 左右）。

目前，电阻蒸镀、磁控溅射一般用于简单金属膜的制备；在多层介质膜领域，电子束蒸镀是常规技术，离子辅助沉积也已经比较普及，低压反应离子镀、等离子辅助沉积主要用于高质量薄膜的工业化生产，离子束溅射沉积则能做出目前性能最好的激光膜（参见图 5）。

参考文献

[1] F. Flory. Consequences of the Microstructure of Thin Films on

- Their Optical Properties. Proc. SPIE, 2364: 27
- [2] 顾培夫. 薄膜技术. 杭州: 浙江大学出版社, 1990
- [3] Chanim A. Al - Jumaily, Samad M. Edlou. Optical Properties of Tantalum Pentoxide Coatings Deposited Using Ion Beam Processes. Thin Solide Films, 1992, 209~223
- [4] 熊胜明, 张云洞. 中红外薄膜的离子辅助淀积. 激光与红外, 23 (6): 42
- [5] Xuefei Tang, Zhengxiu Fan. Effect of Ion Assisted Deposition on Optical Properties of Thin Films. Proc. SPIE, 1990, 1323: 67
- [6] S Mhan et al. A Review of Ion Beam Assisted Deposition of Optical Thin Films. Vacuum, 1995, 46 (7): 645
- [7] 宋执中. 引人注目的几种离子源. 国际学术动态, 1990 (2): 60
- [8] 饶雨生, 唐敦乙, 刘效增, 沈伯礼. 轴向场宽束离子源的研究. 西安交通大学学报, 1990, 24 (1): 53
- [9] 宋执中. 离子源技术进展较快. 国际学术动态, 1992 (4): 46
- [10] 饶雨生, 唐敦乙, 刘效增, 沈伯礼. 多功能宽离子束形成的研究. 西安交通大学学报, 1992, 26 (1): 21
- [11] 尤大伟. 宽束考夫曼离子源的原理及其应用. 电工电能新技术, 1993 (1): 55
- [12] 李守中等. 离子束辅助镀膜技术与宽束离子源. 中国光学学会 95 年全国薄膜技术研讨会 (湖南 张家界) 论文集, 1995: 205
- [13] D. J. Vitkavage, T. M. Mayer. Target Contamination by Cathode Sputtering in Broad Beam Ion Sources. J. Vac. Sci. Technol., 1988, A6 (1): 154
- [14] Balzers 公司产品资料

Deposition Techniques for Optical Thin Films

SI Lei WANG Yuxia LIU Guojun

(National Key Laboratory on High Power Semiconductor Lasers;
Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022)

Abstract: Several deposition techniques for optical thin films are reviewed, especially for vacuum evaporation, ion assisted deposition and ion beam sputtering, including working theory, development and application of them.

Key words: Optical thin film; Deposition; Sputtering