

文章编号: 1000-7032(2002)06-0623-04

等离子辅助镀膜技术

贾克辉, 徐 颖, 高劲松, 曹健林

(中国科学院长春光学精密机械与物理研究所 应用光学国家重点实验室光学技术中心, 吉林 长春 130022)

摘要: 传统的电子束蒸发工艺提供了高速率的沉积,但由于成膜分子的能量较低,使沉积的薄膜排列密度很低,其性能和块状材料区别很大,已有不少学者发现了很多金属和氧化物薄膜具有典型的柱状结构。薄膜的低排列密度造成了其光学常数和机械性能不如块状材料,近几年发展起来的高功率等离子体辅助镀膜技术解决了上述问题。本文报道了我国自己研制的等离子体源(GIS)的性能指标、用这个源所做的单层 TiO_2 膜的成膜工艺与质量,以及用等离子辅助沉积的减反射膜的工艺。

关键词: 等离子辅助沉积技术; 光学镀膜

中图分类号: TN205

文献标识码: A

1 引 言

薄膜科学技术是新材料发展前沿最活跃的领域之一^[1~9],而良好的薄膜制备或改性技术则是赋予材料表面应用功能的基本条件。在薄膜制备技术中,有化学气相沉积技术(CVD)和物理气相沉积技术(PVD)。等离子辅助沉积技术与传统的沉积手段相比,利用等离子辅助不仅可以实现大面积镀膜,而且可使膜的折射率更接近于块状材料的折射率,膜层的牢固度明显增加,反射率、透射率更加接近于理论设计水平^[1,2]。此项技术已成为光学薄膜沉积技术的主流。我们利用我国自主开发的等离子体源(GIS)作了单层 TiO_2 膜工艺实验。用 Lambda-900 分光光度计和原子力显微镜对膜的光学性能和微观结构与传统沉积手段进行了比较,结果发现成膜质量明显提高,镀出的窗口减反射膜测量值非常接近理论水平。

2 无栅等离子体源(GIS)

GIS 无栅等离子体源为大面积、强流辅助成膜用等离子体源。我们使用的 GIS 源是中国科学院空间科学与应用研究中心研制生产的。该源可在直径 1m 的范围内形成均匀的等离子体,粒子流密度高达 $0.5\text{mA}/\text{cm}^2$,其处理面积及生产效率远高于离子束辅助成膜技术。

如图 1 所示 GIS 无栅等离子体源由水冷阳

极、硼化镧阴极、石墨加热器、磁场线圈、绝缘件、极靴、进气系统及屏蔽筒等组成。硼化镧阴极由石墨加热器间接加热至 1500°C 以上,此时硼化镧阴极发射电子,在阳极与阴极之间加入直流电压,产生辉光放电,形成等离子体。等离子体中的电

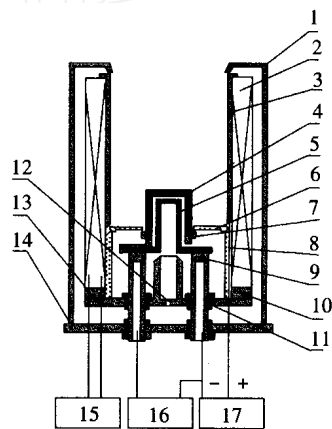


图 1 GIS 源的结构示意图

1. 屏蔽筒; 2. 水冷线圈; 3. 阳极衬筒; 4. 硼化镧阴极; 5. 石墨加热器; 6. 阴极绝缘盖; 7. 极靴; 8. 阴极绝缘座; 9. 水冷电极; 10. 绝缘盘; 11. 绝缘子; 12. 进气通道; 13. 极靴; 14. 法兰; 15. 磁场电源; 16. 阴极电源; 17. 阳极电源

Fig. 1 Configuration of the GIS plasma source.

1. shielding tube; 2. coil; 3. cylindrical anode; 4. LaB cathode; 5. graphite filament heater; 6. insulating capping plate; 7. pallet; 8. insulating bedding plate; 9. electric pole; 10. insulating dish; 11. insulating cell; 12. air duct; 13. pole; 14. flange; 15. magnetic field supply; 16. cathode supply; 17. anode supply.

收稿日期: 2002-07-19; 修订日期: 2002-09-10

基金项目: 中国科学院创新基金(ZI00C04T)资助项目

作者简介: 贾克辉(1977-), 男, 山西太谷人, 硕士研究生, 主要从事光学镀膜工艺研究。

E-mail: tramperjia@163.com, Tel: (0431) 5684692-3394

子在磁场的作用下沿磁力线被引出,在源与基片架之间形成均匀的等离子体区。离子与成膜粒子相互碰撞,形成致密的薄膜。另外,反应气体在等离子体中被离子化后,与成膜粒子形成一定化学比的化合物。高密度的等离子体分布在等离子源和基片架的整个真空室内,蒸发过程中蒸发物质的蒸汽部分地离子化,材料的离子化对理想薄膜的生长特别有效,所以整个镀膜过程中除了离子辅助蒸发,还有离子镀发生^[3]。

等离子体源对真空室与地是绝缘的,由于电子的高迁移率,等离子体本身相对于真空室内壁以及相对于基片架,得到了正偏压,离子的能量主要决定于阳极和真空室接地之间的自偏压,偏压的大小取决于施加的放电电压、磁场强度和真空室的真空度^[4]。由于加速等离子的动能转移,使成膜生长过程中分子迁移率增加,导致排列密度也增加。表 1 为 GIS 无栅等离子体源性能表,图 2 表示对大基片架不同径向位置上离子流均匀性的测量结果。

表 1 GIS 无栅等离子体源性能表

Table 1 Standard performance of GIS

阳极电压	阴极电流	最大离子流密度	工作气体流量
50~100V	80~120A	≥0.5mA/cm ²	10~20sccm
阳极电流	工作气体	离子流均匀区	冷却水温度
10~50A	Ar	φ=1m	≤25℃(入水)
线圈电流	输入功率	离子流不均匀性	
2~5A	7kW	≤20%(距源出口 0.8m, φ1m 内)	

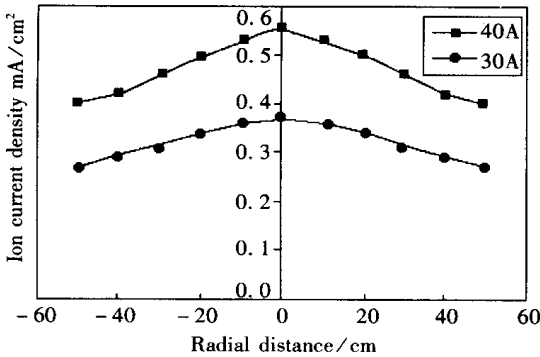


图 2 GIS 源离子流密度分布曲线

Fig. 2 Ion current density distribution of the GIS.

3 单层 TiO₂ 膜

本实验采用 ZZSX-1600 型镀膜机,等离子体源 GIS 置于真空室底平面。将清洁干净的玻璃放置于平面基片架中心,真空室真空度为 5×10^{-4} Pa 时,预熔材料,启动等离子体源 GIS 开始镀膜。经前期实验,我们发现等离子体源的众多性能参数中,阳极电流对薄膜的折射率影响最大。因此我们

保持阳极电压 70V、阴极电压 8.5V、阴极电流 100A、磁场电压 18V、磁场电流 3A、Ar 气流量 14.9sccm 不变,阳极电流在 10~50A 之间变化进行镀膜。镀膜过程中保持真空度为 1.9×10^{-2} Pa 不变。沉积速率为 0.3nm/s,电子枪束流为 100mA。O₂ 气流量 30sccm。实验过程中基片不加温。

取实验的镜片,用原子力显微镜进行观察,阳极电流 30A 时所制得 TiO₂ 薄膜的表面形貌如图 3 所示。用等离子体辅助镀出的 TiO₂ 膜表面相当均匀,没有大的起伏,膜层呈无定形结构。阳极电流趋于 50A 时,膜层呈晶状结构,与传统的 TiO₂ 膜呈柱状结构不同。我们做了简单的透明胶带实验和划痕实验,未发现 TiO₂ 膜剥离,表明利用等离子体辅助技术获得的 TiO₂ 膜强度高、附着力也很强。

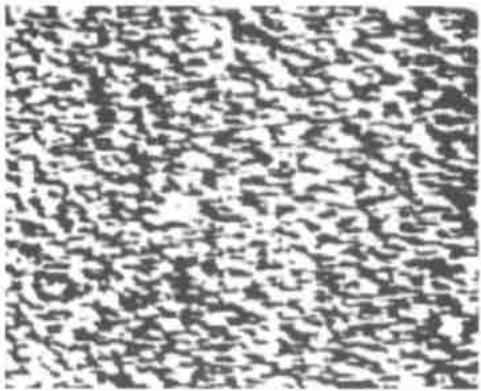


图 3 TiO₂ 的 AFM 表面形貌图像

Fig. 3 AFM surface morphology image of TiO₂ layers.

图 4 表示 GIS 源的阳极电流分别为 10, 20, 30, 40, 48A 时, TiO₂ 膜的光谱曲线。经分析计算, TiO₂ 膜在 $\lambda = 520$ nm 时所对应的折射率分别为 2.25、2.37、2.39、2.42 和 2.43。因此随着阳极电流的增大, TiO₂ 膜的折射率也增大。从图中可以看出,所制得的 TiO₂ 膜在短波有吸收。

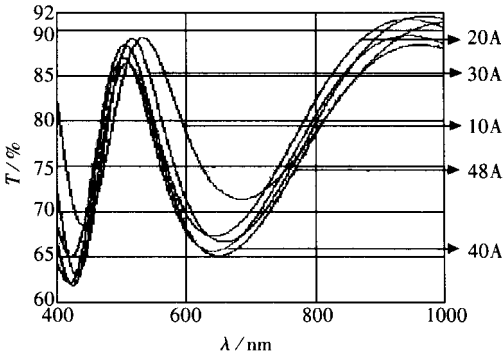


图 4 不同阳极电流下沉积的 TiO₂ 膜的透射光谱

Fig. 4 Transmission spectra of TiO₂ layers deposited under different anode current.

4 减反射膜

采用同一台设备,我们做了减反射膜实验。镀膜材料为 SiO_2 、 TiO_2 ,采用 IC/5 膜厚监控仪控制膜厚,真空度达到 $4.7 \times 10^{-3} \text{ Pa}$,开启等离子体源 GIS,其参数为:阳极电压 50V、阳极电流 30A、阴极电压 9V、阴极电流 100A、磁场电压 18V、磁场电流 3A、Ar 气流量 14.9sccm。真空度保持为 $1.9 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 不变。 TiO_2 沉积速率为 0.2 nm/s ,电子枪束流 110mA。 SiO_2 沉积速率为 0.5 nm/s ,电子枪束流 60mA。 O_2 气流量 30sccm。实验过程中基片不加热。图 5 即为所制备的减反射膜的反射光谱曲线,在 450~750nm 范围内,其反射率小于 2%。

5 结 论

采用 GIS 源进行等离子体辅助蒸发,不仅具

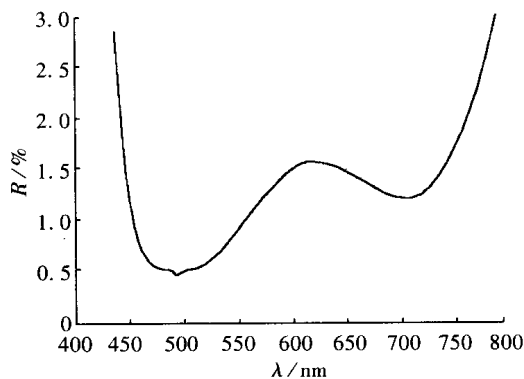


图 5 减反射膜反射光谱

Fig. 5 Reflection spectrum of anti-reflection coating.

有传统沉积工艺的优点,而且提高了薄膜的各种性能^[5]。本文仅阐述了等离子体辅助沉积氧化物的工艺,还可广泛应用于金属、硫化物、氟化物和半导体等镀膜材料,而且还可用于化学气相沉积,例如等离子体聚合^[6~9]。

参 考 文 献:

- [1] Zoller A, Beibwenger S, Gotzelmann R, et al. Plasma ion assisted deposition: a novel technique for the production of optical coatings [J]. *SPIE*, 1994, **2253**:394-402.
- [2] Zoller A, Gotzelmann R, Hagedorn H, et al. Plasma ion assisted deposition: a powerful technology for the production of optical coatings [J]. *SPIE*, 1997, **3133**:196-204.
- [3] Lin Yong-chang, You Da-wei, Li Xiao-qian. Plasma ion assisted deposition technique [J]. *Optical Instruments* 1999, **21**(4-5):39-43.
- [4] You Da-wei, Feng Yu-cai, Wang Yu. Status and development of broad beam ion sources for material modification [J]. *Microfabrication Technology*, 1996, **1**:67-75.
- [5] Zoller A, Gotzelmann R, Mail K. Plasma ion assisted deposition: investigation of film stress [J]. *SPIE*, 1996, **2776**:207-211.
- [6] Anthony Musset, Ian Stevenson. Thickness distribution of evaporated films [J]. *SPIE*, 1990, **1270**:287-291.
- [7] Mei Zeng-xia, Zhang Xi-qing, Yi Li-xin. Preparation and photoluminescent properties of ZnO thin films [J]. *Chin. J. Lumin.*, 2002, **23**(4):389-392 (in Chinese).

Plasma Ion Assisted Deposition for Optical Coating

JIA Ke-hui, XU Ying, GAO Jin-song, CAO Jian-lin

(State Key Laboratory of Applied Optics, Changchun Institute of Optics,
Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130022, China)

Abstract: Evaporation, the classical method of thin film deposition, is still commonly used for the production of optical coatings today. The technique of electron beam evaporation delivers a high rate of deposition. Three dimensional or curved substrates are also coated by e-beam evaporation in order to achieve good film thickness distribution. Because of the low energy of the condensing particles the packing density of

thermally evaporated films is very low. The achieved film properties are quite different to those of the respective bulk materials. The typical columnar microstructure of many metals and oxides has been investigated by various workers. The low packing density implies that the optical constants and mechanical properties are inferior to those of the bulk materials. Deposition processes using higher particle energies can improve the film properties. With ion assisted deposition, a growing thermally evaporated film is bombarded with an energetic ion beam. Due to the momentum transfer from the incoming ions to the condensing molecules, the mobility of the particles is increased significantly. This results in higher packing densities and improved mechanical properties. A wide range of materials and completed layer systems have been investigated by many laboratories. The limited ion current and beam size of the available ion sources reduces the useful substrate area in comparison to conventional evaporation. This is not compatible to the needs of a high throughput production. Most ion sources use hot filament cathodes and extraction grids with limited life time especially when introducing oxygen into the ion source. Many oxides require ionized oxygen during film deposition in order to get fully oxidized films with low absorption losses and high packing densities. With the newly developed high power plasma ion assisted deposition we have overcome these problems. This paper mainly discusses the performance specification of plasma source (GIS), technology and quality of TiO_2 coatings and the technology for antireflection coatings deposited with plasma-IAD. We can draw a conclusion that the refractive index of TiO_2 film will have different values with the anode current changing and they are 2.25, 2.37, 2.39, 2.42 and 2.43 at wavelength of 520nm respectively. The reflectance of the antireflection coating is lower than 2% in the wavelength range between 450nm and 750nm.

Key words: plasma ion assisted deposition; optical coatings

Received 19 July 2002

《发光学报》进入中国期刊方阵

根据新闻出版总署“建设中国期刊方阵”的精神(新出报刊[2001]472号文),国家科技部负责组织了2001年的科技期刊评选推荐工作,现结果已经公布(国科发财字[2001]340号文)。经部门推荐、专家评审,最终从推荐名单中选出716种科技期刊进入中国期刊方阵。其中“双高”期刊40种;“双奖”期刊58种;“双百”期刊122种;“双效”期刊496种。

中国物理学会发光分科学会学术会刊《发光学报》在这次评选推荐中榜上有名,被列入“双效”期刊,进入中国期刊方阵。

“中国期刊方阵”的建设是现阶段我国期刊出版事业发展的需要,是推进新世纪我国期刊发展的战略性举措,它将促进我国期刊“精品战略”的实施。

《发光学报》编辑部