

文章编号 1000-5013(2001) 01-031-04

# 等离子辅助镀光学薄膜的研究

杜旭日 郭亨群

(华侨大学信息科学与工程学院, 泉州 362011)

**摘要** 研究用等离子辅助镀技术, 制备3种氧化物光学薄膜. 透射光谱实验表明, 该薄膜透明度高, 吸收损耗小, 具有优良的光学特性. 经表面形貌探讨, 说明等离子辅助镀技术可得到较为致密平整的薄膜. 而新型等离子体源, 能有效地改善光学薄膜的特性, 具有实际应用的价值.

**关键词** 等离子辅助镀, 光学薄膜, 等离子体源

**中图分类号** TQ 153: O 484.1

**文献标识码** A

提高光学薄膜质量, 是薄膜技术领域的一个重要课题. 氧化物光学薄膜有较高的蒸发温度, 一般都需要用电子束蒸发技术沉积薄膜. 用传统真空热蒸发技术, 制备氧化物光学薄膜聚集密度不够高, 具有明显的柱状结构, 致使膜层对工作环境敏感, 光学性能不稳定. 离子辅助镀(IAD)<sup>[1]</sup>和低压反应离子镀(RIP)<sup>[2]</sup>这两种技术, 是利用离子以改善材料的沉积条件. 由于外来离子对凝聚中粒子的动量传递, 使得凝聚粒子的移动性增加. 它能得到高的聚集密度, 可改善薄膜的光学特性. 但存在着离子束辐照面积小, 束流不均匀等问题, 所以难在大规模生产中实用化. 等离子辅助镀(PIAD), 是在离子辅助镀和低压反应离子镀基础上发展起来的. 90年代初, 德国莱宝公司(Leybold AG)采用等离子体源作为离子辅助镀膜的手段<sup>[3]</sup>, 克服通常的离子束镀膜技术的缺陷, 从而制备大面积均匀的膜层. 各国相继开展PIAD研究, 探讨高效、长寿命的新型等离子源系统, 研究PIAD的工艺参数与薄膜性能的关系<sup>[4]</sup>. 本文采用北京仪器厂LDSX-1200型镀膜机装配上等离子体源, 制备了 $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ 和 $\text{SiO}_2$ 三种光学薄膜. 对其结构和性能进行研究.

## 1 等离子辅助镀光学薄膜的制备

等离子辅助镀系统的原理如图1所示. 等离子体源中阴阳极之间的直流电压, 使充入的惰性气体氩气产生辉光放电等离子体. 在线圈绕组的磁场作用下, 等离子体的电子轴向运动加强, 沿磁力线方向向基片支架运动. 等离子体相对于真空腔壁和基片支架, 有一个正偏压. 等离子体正离子在偏压电场作用下, 加速轰击基片表面, 提高了薄

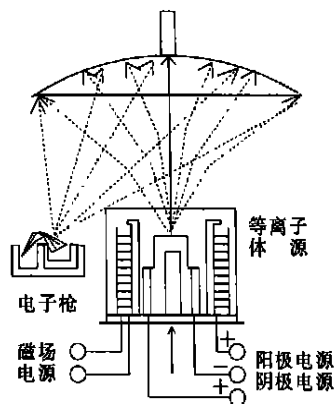


图1 等离子辅助镀系统原理示意图

收稿日期 2000-07-31 作者简介 杜旭日(1962-), 男, 副教授

基金项目 2000福建省自然科学基金资助项目 Electronic Publishing House. All rights reserved. <http://www.cnki.net>

膜表面凝聚粒子的移动性和聚集密度. 反应气体氧气通过等离子体源上方的环形喷头充入, 被激活和部分离化, 蒸发物也部分被离化. 由于等离子体源的作用区域可达到 1 m 范围, 故可制备大面积均匀的薄膜.

阳极电压和阳极电流是等离子体源的重要工作参数. 实验表明, 随着阳极电压的升高, 阳极电流随之升高. 当阳极电流超过 60 A 后, 阳极电流趋于饱和. 通过引出离子流密度与阳极电流之间关系的研究, 可知随着阳极电流的增加, 引出离子流密度随之增加. 当阳极电流超过 50 A 后, 引出离子流密度趋于饱和. 因此阳极电流为 40 ~ 50 A 之间为最佳工作参数.

本文采用阳极的电压 80 V、电流 40 A 与阳极的电压 90 V、电流 50 A 这两组条件, 进行比较. 其具体制备条件, 如表 1 所示. 样品 1 ~ 3 的基片只用了 K9 玻璃, 样品 4 ~ 6 的基片为 K9 玻璃、铜和硅这 3 种. 表中参数  $V_A$  和  $I_A$  为阳极的电压、电流,  $I_K$  为阴极电流,  $V_M$  和  $I_M$  分别为磁场线圈绕组的电压、电流,  $F_{Ar}$  和  $F_O$  为氩气和氧气的流量,  $P_O$  和  $P_W$  分别为本地真空和工作真空.

表 1 3 种等离子辅助镀光学薄膜的制备条件

样 品	$V_A/V$	$I_A/A$	$I_K/A$	$V_M/V$	$I_M/A$	$P_O/Pa$	$F_{Ar}/cm^3 \cdot s^{-1}$	$F_O/cm^3 \cdot s^{-1}$	$P_M/Pa$
1- $Al_2O_3$	80	40	90	24	4	$5 \times 10^{-3}$	15	20	$3 \times 10^{-2}$
2- $ZrO_2$	80	40	90	24	4	$5 \times 10^{-3}$	15	25	$4 \times 10^{-2}$
3- $SiO_2$	80	40	90	24	4	$5 \times 10^{-3}$	15	25	$4 \times 10^{-2}$
4- $Al_2O_3$	90	50	90	24	4	$5 \times 10^{-3}$	15	—	$2 \times 10^{-2}$
5- $ZrO_2$	90	50	90	24	4	$5 \times 10^{-3}$	15	25	$4 \times 10^{-2}$
6- $SiO_2$	90	50	90	24	4	$5 \times 10^{-3}$	15	25	$4 \times 10^{-2}$

2 等离子辅助薄膜的光学特性

采用岛津 UV-310D 分光光度计, 对样品 1 ~ 6 的 K9 玻璃基片的薄膜的透射光谱曲线进行测试. 其测试结果, 如图 2, 3, 4 所示.

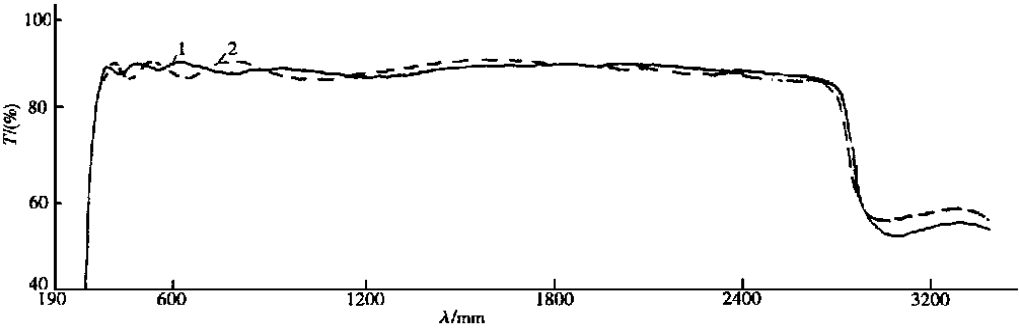


图 2  $Al_2O_3$  薄膜光谱透射率曲线

图 2 曲线 1 为样品 1 的透射光谱, 3 个极大峰值透射率均 90%. 曲线 2 为样品 4 的透射光谱, 3 个极大峰值透射率均 91%. 两曲线向短波方向峰值递减幅度小, 说明吸收不明显. 曲线 2 的中心波长向长波端移动, 透射率的极大值和极小值相差与曲线 1 相比较. 样品 4 制备时不充入氧气, 而样品 1 制备时充入反应气体氧气. 反应气体在等离子体中被离化并被激活, 增加了对生长的  $Al_2O_3$  薄膜的碰撞作用, 提高了薄膜的致密性. 由此, 可能造成样品 1 和样品

#### 4 透射光谱的差异.

图 3 是样品 2 的透射光谱曲线, 其最大峰值透过率为 91%, 最小峰值透过率为 90%. 样品

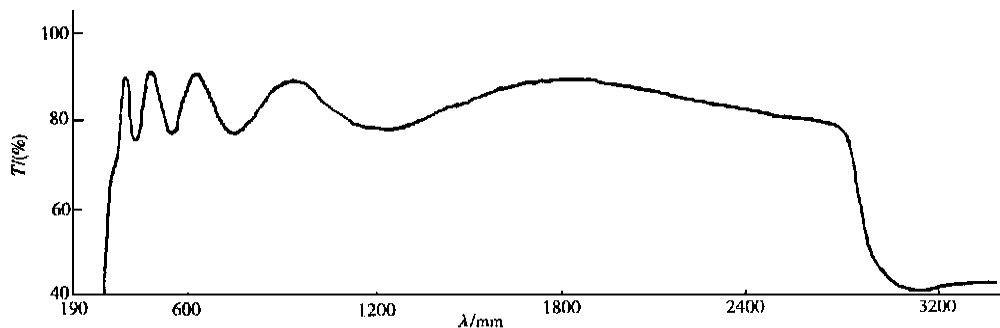


图 3  $\text{ZrO}_2$  薄膜光谱透过率曲线

2 制备时, 阳极电压为 80 V, 阳极电流为 40 A. 样品 5 制备时, 其阳极电压为 90 V, 阳极电流为 50 A. 比较两个样品的透射光谱曲线, 没有发现多大差别. 透射光谱向短波方向峰值递减幅度小, 吸收不明显. 这说明阳极电流在 40 ~ 50 A 范围内, 所制备的  $\text{ZrO}_2$  薄膜的性能较佳.

图 4 曲线 1 为样品 3 的透射光谱, 最大峰值透过率为 94%, 最小峰值透过率为 91%. 曲线

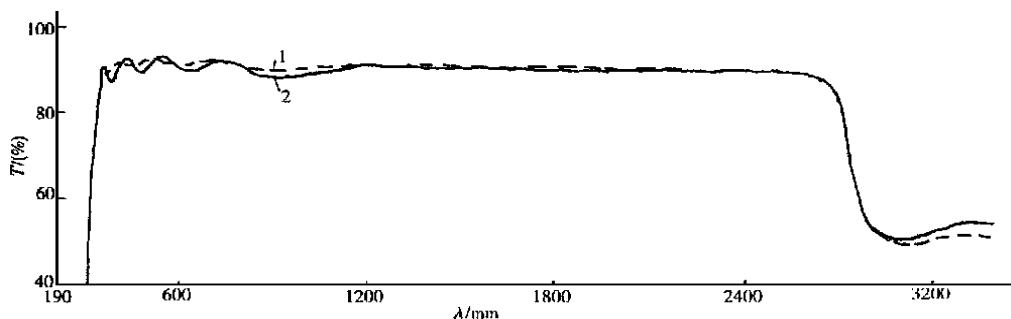


图 4  $\text{SiO}_2$  薄膜光谱透过率曲线

2 为样品 6 的透射光谱, 最大峰值透过率为 93%, 最小峰值透过率为 90%. 曲线 1 透过率的极大值和极小值相差较大, 而曲线 2 波动比较小. 两曲线向短波方向峰值递减幅度小, 说明这种方法制备的  $\text{SiO}_2$  薄膜的损耗吸收小.

总之, 等离子辅助镀制备  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  这 3 种薄膜, 其透明度好, 吸收损耗小, 并具有优良的光学特性.

### 3 等离子辅助镀薄膜的表面形貌研究

采用日立 S-570 扫描电镜, 观察等离子辅助镀薄膜的形貌. 图 5(1) 是  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜的扫描电镜照片, 图 5(2) 是  $\text{ZrO}_2$  薄膜的扫描电镜照片, 图 5(3) 是  $\text{SiO}_2$  薄膜的扫描电镜照片.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜形貌平整, 薄膜是致密的, 晶粒粒径为 30 ~ 60 nm.  $\text{ZrO}_2$  薄膜表面比较平滑, 晶粒较细, 粒径为 30 ~ 50 nm.  $\text{SiO}_2$  薄膜表面不如  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和  $\text{ZrO}_2$  那么平整, 有一定的凹凸起伏, 晶粒比前两种薄膜较大, 粒径为 30 ~ 90 nm. 总之, 等离子辅助镀制备的 3 种薄膜的结晶良好, 较为致密, 形成细小颗粒的较平整的薄膜. 这说明, 等离子辅助镀可以得到高的聚集密度的薄膜, 使薄膜的

结构和光学特性得到改善.

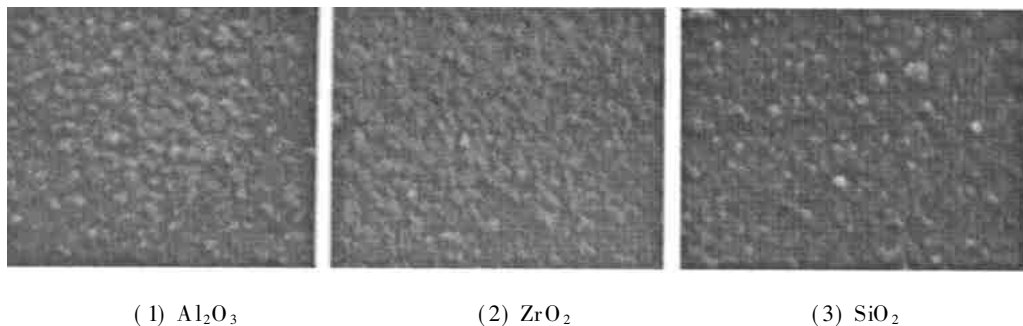


图 5 薄膜的扫描电镜照片(25 kV)

## 4 结论

等离子辅助镀光学薄膜的制备技术,是在离子辅助镀和低压反应离子镀基础上发展起来的.在制备过程中,等离子体源可在较大范围内形成均匀的等离子体,因而提高了薄膜表面凝聚粒子的移动性和聚集密度.用等离子辅助镀制备  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  这 3 种光学薄膜,并研究其光学特性和表面形貌.研究表明,等离子辅助镀技术能有效克服通常光学薄膜的缺点,改善光学薄膜的结构及其光学性能.

## 参 考 文 献

- 1 周鹏飞,高 扬,陈桂莲.离子辅助镀膜技术及其应用[J].激光与红外,1991,21(5):1~5
- 2 王建成,韩丽瑛,高健存.反应离子镀光学薄膜的微观结构分析[J].光学学报,1993,13(10):956~959
- 3 Zoller A. Large area IAD with a new plasma source[J]. SPIE, 1990,1270: 204~210
- 4 苏 星,李正芬,赵云生等.用等离子体离子辅助沉积高性能红外增透膜[J].红外技术,1996,18(6):4~7

## A Study on Optical Film Prepared by Plasma-Aided Plating

Du Xuri      Guo Hengqun

(College of Info. Sci. & Eng., Huaqiao Univ., 362011, Quanzhou)

**Abstract** A study is made on the optical films of three oxides prepared by the technique of plasma-aided plating. The film is good in transparency, small in absorption loss and excellent in optical character, as shown by experiment of transmission spectrum. A fairly compact and even film can be obtained by this technique, as shown by study of surface state. This new type plasma source is able to improve characteristic of optical film effectively. It has the value of practical application.

**Keywords** plasma-aided plating, optical film, plasma source