

双束沉积 ZrO_x 薄膜时 O^+ 束流密度对其 折射率的影响

黄宁康

(四川大学原子核科学技术研究所, 成都 610064)

Optical zirconia films produced by using dual ion beam technology

HUANG Ningkang

(Institute of Nuclear Science and Technology, Sichuan University, Chengdu 610064)

Abstract Optical ZrO_2 films produced with dual ion beam technology are reported for the first time. The dependence of deposition process on oxygen-to-zirconium composition ratio and the corresponding refractive index of the film are given in this paper, and the optimum conditions for the depositeon process are suggested on the basis of the analyses of RBS, XPS, XRD and TEM.

Key words dual beam technology, ZrO_x thin film, refractive index

双离子束技术制备薄膜有以下几个特点:(1) 沉积工艺参数可分别调节、控制,相互牵制性小,因而可自动控制程序进行薄膜的制备,从而提高了重复性;(2) 由于离子轰击的混合效应,薄膜与基体具有很好的结合强度;(3) 离子束能量的适当选择以及辅以加热等手段,可容易控制薄膜的显微结构。本工作采用氧离子轰击合成氧化锆的双束技术来制备氧化锆光学薄膜。就不同氧离子轰击密度下形成的氧化锆,通过背散射(RBS)及光电子能谱(XPS)的测量,研究形成膜折射率变化与氧离子束流密度的关系。

1 实验方法

氧化锆薄膜制备的装置原理见图 1 所示。溅射 Zr 靶的 Ar^+ 束能量为 1 keV,束流强度为 40 mA。轰击试样的 O^+ 束能量为 100 eV,束流密度由 $0.5 \mu A/cm^2$ 到 $30 \mu A/cm^2$ 。试样基体为单晶 Si 片、NaCl 片以及 Al, Fe 等薄片,均单面抛光,常规清洗烘干,沉积前再经离子溅射清洗。工作室本底真空度为 $10^{-5} Pa$,沉积时为 $10^{-3} \sim 10^{-2} pa$ 。由 SM100MK2E 质谱仪进行工作室气氛测量,沉积后的试样经 RBS, XPS 分析,由椭偏仪测量沉积膜的折射率。

2 结果与讨论

对不同氧离子轰击束流密度条件下双束技术制备的薄膜进行了折射率的测量,其结果如图 2 所示。

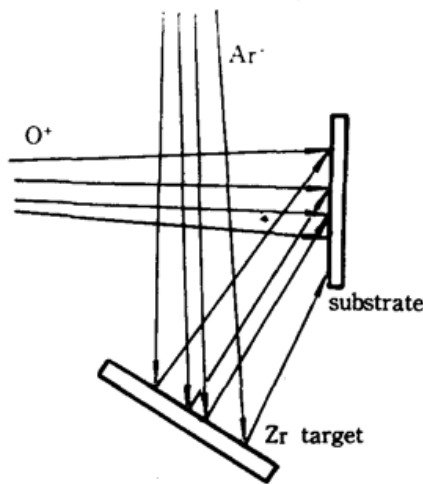


Fig. 1 Schematic diagram of the dual ion beam system used for zirconia film deposition

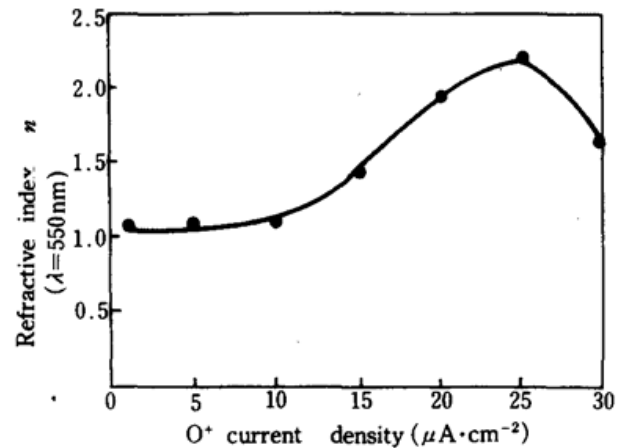


Fig. 2 Refractive index as a function of the O⁺ beam current density during the deposition processes

由图 2 可看出,氧离子轰击束流密度低于 $10 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 沉积的薄膜,其折射率基本不变,约为 1.1 左右;随着氧离子轰击束流密度的提高,其形成膜的折射率也随之增加;当束流密度达到 $25 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 时,折射率达到最高值为 2.2;再增加氧离子束流密度时,折射率又开始下降。这说明随着氧离子轰击束流密度的提高,形成膜的折射率具有峰形特征。对氧离子轰击束流密度为不同的各个沉积膜组份的 RBS 测量表明,随着束流密度的增加,形成膜组份氧—锆原子比值也随之增加,从各个不同束流密度下形成膜组份的 RBS 谱发现,膜体内部份的 O—Zr 原子浓度比值保持不变,即 $N_{\text{O}}/N_{\text{Zr}} = C$ (常数)。这说明沉积膜在不同氧离子束流密度下形成了 ZrO_x 。对不同 O/Zr 原子比值的 XPS 分析表明^[2],随着氧离子束流密度增加,相应形成 $\text{Zr}(\text{O})$, Zr_2O , ZrO , Zr_2O_3 , ZrO_2 。当 O⁺ 轰击束流从 $3 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 上升至 $13 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 时,折射率略有增加,基本上无多大变化,说明沉积膜还是金属锆膜,只是随 O⁺ 束流密度的增加,固溶了氧;进一步提高氧离子束流密度时,折射率陡升,当 O⁺ 束流密度增至 $25 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 时,折射率达到最高值;继续提高 O⁺ 束流密度时,折射率下降。在 $13 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 至 $30 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 范围内,沉积膜相继形成了各价的锆氧化物,但折射率并不因不同价的锆氧化物的生成而发生突变,其原因可能是各种锆氧化物均可固溶氧,导致了折射率的平滑变化。此工作尚在继续之中,但业已发现,继续增加 O⁺ 轰击束流密度,由 RBS 测量表明 $N_{\text{O}}/N_{\text{Zr}}$ 比值略大于 2,可以达到 2.3,说明已经生成的 ZrO_2 还可固溶多余的氧。

光学性能的测量发现,在氧离子束流密度为 $25 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 时形成的膜具有最大的折射率和最小的消光系数(约 6×10^{-4}),由 RBS 分析表明,此时沉积膜的组份比 $N_{\text{O}}/N_{\text{Zr}} = 2$,而且在整个膜体部分的厚度范围内保持不变,说明形成的锆氧化物为 ZrO_2 ,同时 XPS 的分析也肯定了这点。但当束流密度为 $30 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 时,尽管相应的测量似乎仍是 ZrO_2 ,而折射率却发生了显著的下降。为此,我们考虑沉积时氩气氛的影响因素,图 3 表示了不同氧离子轰击束流密度条件下形成膜中 Ar⁺ 杂质组元的相对浓度变化情形。由图 3 可以发现,小于 $3 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 的氧离子轰击束流密度时,形成膜中会有较多的 Ar⁺;在 $3 \sim 20 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 范围内,Ar 在膜中的含量大大减少,在此范围内,基本上变化不大,但其趋向是在减少;当达到 $25 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 时,Ar 的含量达到最小值,这似乎说明此时沉积膜的显微结构显示了最高的致密度,也就是说沉积膜内气孔率达到了最低值;超过 $25 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 时,Ar 含量增加,说明形成膜的致密性下降,从而导致了膜折射率的下降。初步的研究结果表明,折射率不仅与形成膜微粒结构有关,而且与形成膜的晶体结构

有关,此外,还与形成膜的杂质类型有关。

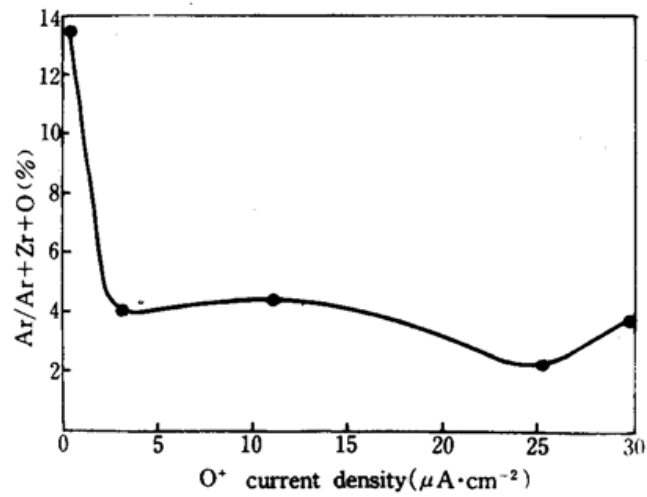


Fig. 3 Concentration of Ar in the deposited films vs
O⁺ bombardment beam current density

本工作是在英国 Salford 大学表面研究中心进行的,参加的还有 J. S. Colligon, H. Kheyrandish 等人,在此一并致谢。

参 考 文 献

- 1 W. A. Grant, J. S. Colligon, *Vacuum*, **32**(10/11), 675(1982)
- 2 黄宁康, H. Kheyrandish *et al.*, *Mat. Res. Bull.*, **27**, 239(1992)

(收稿日期:1992年7月16日)