

氧化物薄膜的离子束溅射沉积

汤雪飞 范正修 王之江

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

提 要

用离子束溅射沉积的方法制备的 TiO_2 、 ZrO_2 薄膜的光吸收损耗明显降低, 对其折射率、光吸收和抗激光损伤阈值等特性进行了分析。

关键词: 离子束溅射沉积, 薄膜, 光学特性。

一、引 言

离子束溅射沉积工艺(IBM), 是用离子束轰击薄膜材料制成的靶、从靶上溅射出来的材料沉积在基板上形成薄膜^[1]。溅射粒子的动能(十几个 eV)比传统的蒸发粒子(约 0.1 eV)明显地高出许多。因此, 同传统热蒸发沉积薄膜相比, 离子束溅射沉积薄膜的优点是: 因具有高的堆积密度而具有高的折射率; 膜层之间、膜层与基板之间具有较强的吸附力; 薄膜的光吸收损耗降低, 稳定性得到改善等等^[2~4]。用双离子束溅射沉积技术(DIBM), 即附加一离子源对基板轰击, 能够进一步改善薄膜的性能^[5]。

在国外已有较大发展的用离子束溅射沉积技术制备光学薄膜, 在国内尚未见报道。本文用离子束溅射沉积方法制备了 TiO_2 、 ZrO_2 单层膜, 测量了薄膜的折射率、光吸收系数和抗激光损伤阈值, 结果表明: 薄膜的光吸收损耗与传统热蒸发和离子辅助沉积的薄膜相比, 明显降低。

二、实 验 过 程

图 1 是离子束溅射镀膜装置的结构示意图, 真空室直径 450 mm; 用 $\phi 100$ mm Kaufman 型宽束聚焦离子枪(枪的工作气体是氩气); 离子能量 1000 eV; 离子束流 90 mA; 离子束以 45° 入射角轰击靶面。

使用 Ti、Zr 金属靶制备 TiO_2 、 ZrO_2 薄膜, 在沉积过程中给真空室充氧气, 使膜层充分氧化。真空室本底真空度为 5.3×10^{-3} Pa, 给离子枪充氩气至 2.7×10^{-2} Pa, 然后再充氧气至 5.3×10^{-2} Pa, 真空室中氧氩比为 1.25:1。在制备样品之前用能量为 400 eV、束流为 40 mA 的离子束清洗靶面和基板 5 分钟。薄膜的沉积速率: TiO_2 膜为 4.8 nm/min, ZrO_2 膜为 8.5 nm/min。所有膜层都未加烘烤。

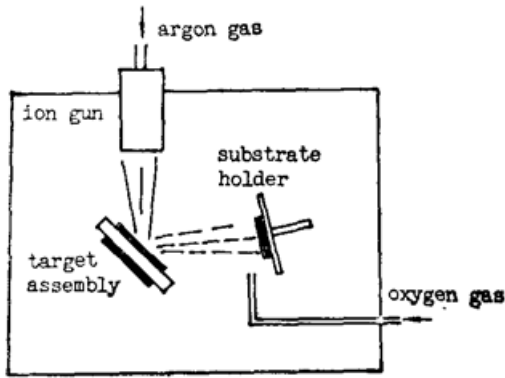


Fig.1 Schematic diagram of the ion beam sputter system

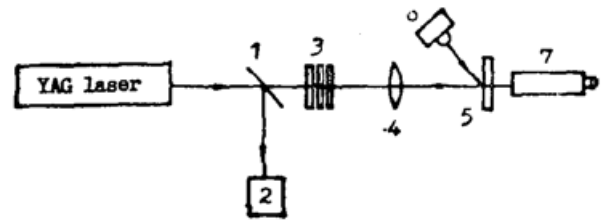


Fig.2 Measurement device of laser-induced damage thresholds

1. beam splitter; 2. energy detector; 3. attenuating plate; 4. focusing lens; 5. sample; 6. illumination device; 7. microscope

薄膜的折射率和膜厚是根据分光光度计测出的薄膜透射比曲线而计算出来的;

在光热偏转法弱吸收测量装置上测量薄膜的光吸收^[6];

薄膜的抗激光损伤阈值是在如图 2 所示的测量装置上进行, 激光波长 $1.06\mu\text{m}$, 脉宽 10 ns。损伤实验采用 1-on-1 方式, 即在样品上同一位置只照射一个激光脉冲, 而不管这一位置发生破坏与否, 焦斑直径 $92\mu\text{m}$, 用光学显微镜观察损伤情况。

三、实验结果

表 1 给出的是用传统热蒸方法(电子束)、离子辅助沉积(IAD)、离子束溅射沉积制备的 TiO_2 和 ZrO_2 单层膜的折射率、光吸收系数和抗激光损伤阈值。其中, TiO_2 中的 IAD 薄膜是用离子能量为 600 eV、离子束流密度为 $50\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 的氧离子辅助沉积^[6]; ZrO_2 中的 IAD 薄膜是用离子能量为 700 eV、离子束流密度为 $100\mu\text{A}/\text{cm}^2$ 的氩氧混合离子辅助沉积的, 氩氧比为 7:3。

从表 1 可以看出, 离子束溅射沉积的 TiO_2 和 ZrO_2 薄膜的光吸收损耗比离子辅助沉积的薄膜降低了近一个数量级, 同传统热蒸发沉积薄膜相比降低得更加显著。IBS TiO_2 薄膜

Table 1 Optical properties of ZrO_2 and TiO_2 single-layer deposited by different methods

TiO

deposition method	optical thickness (nm)	refractive index	extinction coefficient	damage threshold (J/cm^2)
evaporated	160	2.02	1.4×10^{-3}	13.8
IAD	160	2.47	3.2×10^{-4}	14.9
IBS	160	2.30	$< 6.8 \times 10^{-5}$	16.4

ZrO_2

evaporated	160	1.87	7.0×10^{-4}	19.2
IAD	160	2.07	4.0×10^{-4}	13.2
IBS	160	2.15	$< 5.7 \times 10^{-5}$	19.7

的折射率与热蒸发膜相比有所提高, IBS ZrO_2 薄膜的折射率还高于 IAD 薄膜, 达到块状材料的折射率值。

离子束溅射 TiO_2 薄膜的抗激光损伤阈值高于热蒸发和 IAD 沉积的薄膜, ZrO_2 膜比 IAD 膜明显提高, 这是离子束溅射沉积改善薄膜性能的结果。但由于溅射是用离子枪在高能状态下工作, 一些杂质如离子枪灯丝的溅射物和离子枪引出栅的溅射物等会给薄膜带来污染, 增加薄膜的微观缺陷, 影响了薄膜抗激光损伤阈值的进一步提高。

四、讨 论

离子束溅射沉积 TiO_2 、 ZrO_2 薄膜的吸收损耗同热蒸发和离子辅助薄膜相比, 有显著的降低, 折射率接近于块状材料。高折射率和低吸收损耗膜层对制备高反射率薄膜, 至关重要。由于离子束溅射沉积技术明显地降低了薄膜的损耗, 可以用来制备高质量的高反射率薄膜, 可用于制备高能激光器中的高抗激光损伤阈值薄膜。如, 自由电子激光器, 工作在 $500\sim 1000\text{ nm}$ 波段, 这一波段的激光对薄膜的损伤主要是由光吸收引起的, 因此, 用 IBS 沉积的低吸收薄膜正是合适的选择。

本文的离子束溅射薄膜制备是在机电部第 48 所 5 室的离子束溅射镀膜机上进行的, 实验过程中得到了安志超教授的大力支持和帮助, 在此表示感谢!

参 考 文 献

- [1] J. M. E. Harper; *Thin Film Processes*, J. L. Vossen, W. Kern(eds), (Academic Press, New York, 1978), 175.
- [2] Brad Pond, R. A. Schmell *et al.*; *NBS Spec. Publ.*, 1988, Vol. 752, 410.
- [3] T. Raj, J. S. Price *et al.*; *NBS Spec. Publ.*, 1983, Vol. 746, 325.
- [4] J. R. Sites, P. Gilstrap *et al.*; *Opt. Engng.*, 1983, **22**, No. 4 (Jul/Aug), 447.
- [5] A. Kalb, M. Mildebrath *et al.*; *J. Vacuum. Sci. & Technol.*, 1986, **A4**, No. 3 (May/Jun), 436.
- [6] Tang Xuefei, Fan Zhengxiu; *Proc. SPIE*, Vol. 1323, 67.

Ion-beam sputtering deposition of oxide coatings

TANG XUEFEI, FAN ZHENGXIU AND WANG ZHIJIANG

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica, Shanghai 201800)

(Received 24 April 1991; revised 20 June 1991)

Abstract

TiO_2 and ZrO_2 thin films were deposited by ion-beam sputtering. Their refractive indices, optical absorption and laser-induced damage thresholds are investigated. The optical absorption of the coatings are decreased obviously.

Key words: ion beam sputtering deposition, thin film, optical properties.