

反应离子镀光学薄膜的微观结构分析

王建成

(河南师范大学物理系, 新乡 453002)

韩丽瑛 高健存

(清华大学现代应用物理系, 北京 100084)

提 要

用反应离子镀方法制备了 TiO_2 单层膜及 $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ 多层膜, 用透射电子显微镜分别观察了由反应离子镀方法及传统蒸镀法二种不同工艺制得的 TiO_2 单层膜及 $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ 多层膜的断面结构, 并对 TiO_2 单层膜进行了喇曼分析和卢瑟福背散射分析.

关键词 反应离子镀, 光学薄膜, 微观结构分析

1 引 言

反应离子镀(RIPD)技术是传统的热蒸发技术与电离技术相结合的产物, 在原理上与离子束辅助(IAD)技术有着本质的差别. 它是将坩锅(或电子枪整体)和工件架对真空室壁绝缘, 由热阴极弧源诱发膜料蒸气放电, 在镀膜室内形成等离子体, 蒸发膜料粒子部分(约 10~20%)被电离, 在处于悬浮电位(对地 -5~10 V)的工件架形成的电场作用下, 离子态的膜料粒子和反应气体离子, 还有氩离子受到加速而具有一定动能(约 100 eV 左右)抵达基片, 既在相当程度上克服了蒸发角引起的阴影效应, 又增加了在基片表面的迁移率, 更易于与反应气体相结合, 此外, 氩离子的轰击可以清洁基片表面, 又可与未被电离的膜料粒子进行动量转移而提高膜料粒子在基片表面的迁移率, 这就不仅使薄膜结构大大改善, 而且大面积膜厚均匀度也得到提高^[1~3].

等离子体沉积薄膜是镀膜技术发展的方向, 也是当今国际薄膜界研究的“热点”. 本文对反应离子镀及传统反应蒸发工艺制备的光学薄膜, 用透射电子显微镜观察了断面结构, 并对其进行激光喇曼(Raman)分析和卢瑟福背散射(RBS)分析.

2 实验结果

2.1 实验装置

本实验装置是在北京仪器厂生产的 DMF-700 型箱

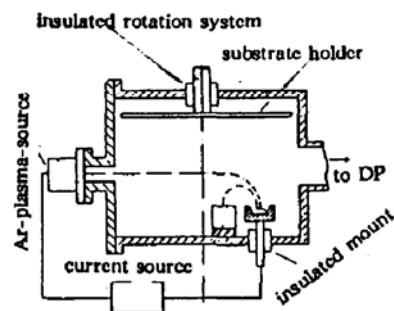


Fig. 1 Schematic of equipment for reactive ion plating coating

式多层光学镀膜机上安装了热阴极弧源,改装了原有的 E 型电子枪及工件架,使电子枪的坩锅和工件架与真空壁绝缘,安装了充气系统和自动压强控制系统而成为光学薄膜反应离子镀膜设备,如图 1 所示.

2.2 样品制备

基片为 k_9 玻璃,蒸发膜料分别为 Ti 和 Si,蒸镀过程中基片不加烘烤,用电子束蒸发,在 1.5×10^{-3} Pa 的本底真空下,由自动压强控制系统通过针阀将 Ar 和 O_2 通过热阴极弧源,进而导入真空室;保持 $P_{Ar} = 1.3 \times 10^{-2}$ Pa, $P_{O_2} = 6.5 \times 10^{-2}$ Pa,起弧,加电子枪功率蒸发膜料,待膜料开始蒸发时,弧流上升,弧压下降,工件架对“地”的自偏压(绝对值)降低,用光学方法控制膜厚,中心波长 $\lambda_0 = 50$ nm,相继制得了不同膜厚的 TiO_2 单层膜和 TiO_2/SiO_2 多层膜;在北京仪器厂生产的 DMD-450 型钟罩式 E 型电子枪多层光学镀膜机上,本底真空抽至 1.5×10^{-3} Pa,通 O_2 达 2×10^{-2} Pa,基底烘烤至 $160^\circ C$,分别蒸发膜料 TiO_2 , SiO_2 ,制得了相应的 TiO_2 单层膜及 TiO_2/SiO_2 多层膜.透射电子显微镜样品采用 P-C-级复型制备.

2.3 实验结果

2.3.1 薄膜横断面的透射电子显微照片

将上述制备的透射电子显微镜样品在 H-800,日立公司生产的透射电子显微镜下进行观察,拍出的透射电子显微照片如图 2,3,4,5.

比较反应离子镀及反应蒸发两种工艺制备的光学薄膜的横断面电子显微照片,结果表明,反应离子镀所制备的 TiO_2 单层膜及 TiO_2/SiO_2 多层膜均比传统电子束反应蒸发工艺所制备的相应膜更致密,基本消除了柱状结构,趋于块状材料.

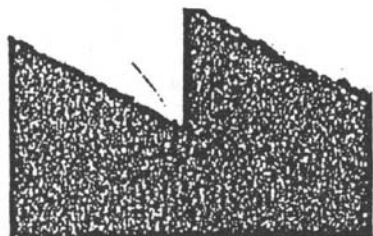


Fig. 2 Direct cross section of single-layer TiO_2 film deposited by reactive ion plating



Fig. 3 Direct cross section of single-layer TiO_2 film deposited by reactive evaporation



Fig. 4 Direct cross section of TiO_2/SiO_2 multilayer stack by reactive ion plating

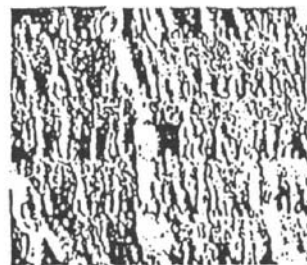


Fig. 5 Direct cross section of TiO_2/SiO_2 multilayer stack by reactive evaporation

2.3.2 TiO_2 单层膜的激光喇曼分析

用 SPE \times 1403 型双单色激光喇曼谱仪对上述制备的膜厚分别为 6QWOT, 10 QWOT, 12

QWOT(反应离子镀)和 14 QWOT, 12 QWOT, 6 QWOT(电子束反应蒸发, $1 \text{ QWOT} = \lambda_0/4$, $\lambda_0 = 550 \text{ nm}$)的六个 TiO_2 单层膜样品所作的喇曼分析谱如图 6,7 所示.

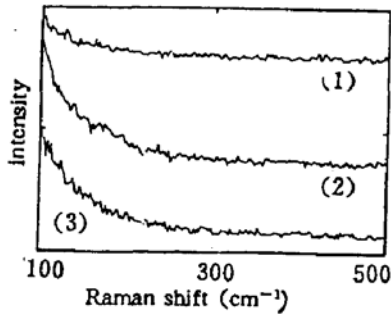


Fig. 6 Raman spectra of TiO_2 single layers deposited by reactive evaporation (electron beam evaporation)
1 - 14 QWOT, 2 - 12 QWOT, 3 - 6 QWOT

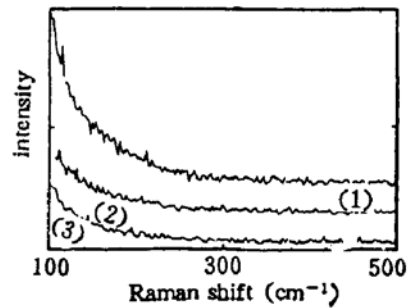


Fig. 7 Raman spectra of TiO_2 single layers deposited by reactive ion plating
4 - 6 QWOT, 5 - 10 QWOT, 6 - 12 QWOT

从谱图上看,样品 1,2,3,4,5,6,均未出现锐峰,说明反应离子镀与传统电子束反应蒸发工艺(烘烤至 160°C)制备的 TiO_2 膜谱图差异不明显,在此测试区域内未见晶态相,而文献[4]报道,Guenther 用反应离子镀工艺制备的 TiO_2 单层膜和电阻反应蒸发(用钨舟)制备的 TiO_2 单层膜(膜厚不同)进行了激光喇曼分析,结果表明,前者随膜厚增加不存在晶态相,而后者随膜厚增加呈锐钛矿结构,这也从一个侧面反映了传统电子束反应蒸发工艺与电阻反应蒸发工艺、反应离子镀工艺三者所制备薄膜的结构差异.

2.3.3 TiO_2 单层膜的卢瑟福背散射(RBS)分析

用 $3\text{SDS} \cdot 2 \times 1 \text{ MeV}$ 串入静电加速器(美国 NEC 公司制造)对上述 TiO_2 单层膜(膜厚约为 200 nm ,基底为 K_9 玻璃)所作的 RBS 分析如图 8,9 所示.

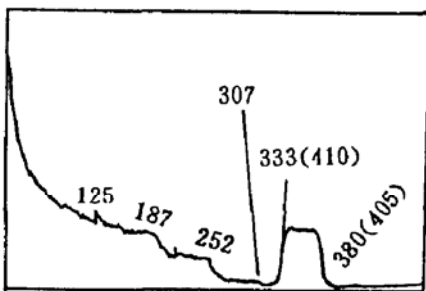


Fig. 8 RBS spectra of TiO_2 single layer deposited by reactive ion plating

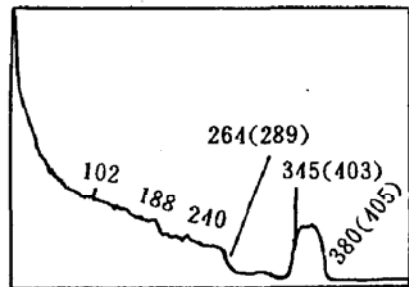


Fig. 9 RBS spectra of TiO_2 single layer deposited by reactive evaporation

从图 8,9 可看出,反应离子镀 TiO_2 单层膜与基底间的扩散层(过渡层)明显厚于传统反应蒸发(基底烘烤至 160°C)工艺制备 TiO_2 单层膜与基底间的扩散层,这可以解释反应离子镀光学薄膜的牢固度为何优于传统电子束反应蒸发工艺制备相应膜的牢固度^[5].

感谢曾世诚高级工程师在透射电镜样品制作方面给予的帮助.

参 考 文 献

- [1] M. D. Temple, R. I. Seddon, K. L. Johnson, System and method for vacuum deposition of thin films, 1988, *U. S. Patent Nr. 4,777,908*
- [2] R. Buhl, E. Moll, H. Daxinger, Method and Apparatus for evaporating material under vacuum using both an arc discharge and electron beam. 1984, *U. S. Patent Nr. 4,448,802*
- [3] H. K. Pulker, W. Haag, M. Bühler, E. Moll, Summary Abstract; properties of ion plated oxide films, *J. Vac. Sci. Technol.*, 1985, **A3**(6): 2700~2701
- [4] K. H. Guenther, Boon Loo, David Burns *et al.*, Microstructure analysis of thin films deposited by reactive evaporation and by reactive ion plating. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1989, **A7**(3): 1436~1445
- [5] 王建成, 韩丽瑛, 高健存, 反应离子镀光学薄膜的牢固度和表面粗糙度分析, 激光与红外, 待发

Microstructure analysis of thin films deposited by ractive ion plating

WANG Jiancheng

(Department of Physics, Henan Normal University, Xinxiang 453002)

HAN Liying GAO Jiancun

(Department of Modern Applied Physics, Tsinghua University, Beijing 100084)

(Received 26 October 1992; revised 14 December 1992)

Abstract

There are distinct differences in microstructure between thin films deposited by reactive evaporation and by reactive ion plating. Cross sections of TiO_2 single layer thin films and $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ multilayer stacks deposited by reactive ion plating have been investigated by transmission electron microscopy; analyses of TiO_2 thin films by Raman spectroscopy and by RBS is prestented in this paper.

Key words reactive ion plating deposition, optical thin film, microstructure analysis.