

离子束辅助沉积大口径光学薄膜

艾万君,熊胜明

(中国科学院光电技术研究所,四川 成都 610209)

摘要: 利用国内最大箱式高真空镀膜设备 ZZS3600,开展了双离子束辅助反应蒸发技术及光学薄膜厚度均匀性研究。借助 Mark II 离子源辅助反应蒸发技术,对 Ta_2O_5 、 SiO_2 常见的高、低折射率光学薄膜进行了制备与特性分析。结果表明:在蒸发源与沉积基底距离较大的镀膜环境下,具有低能、高束流密度离子源有利于薄膜结构的致密化,薄膜性能的改善。根据大口径光学元件尺寸,结合真空室空间几何配置,开展了行星及单轴转动方式下镀膜膜厚均匀性的研究。行星转动方式下,分析了直径 140 cm 行星盘工件膜厚均匀性,无修正挡板运行时膜厚不均匀性优于 0.4%。单轴转动方式下,分析了 200 cm 光学元件膜厚均匀性,并通过设计修正挡板将膜厚不均匀性控制在 0.6% 以内。采用双离子束辅助反应蒸发技术有利于实现高性能大口径光学薄膜的制备。

关键词: 离子辅助沉积; 高真空镀膜设备; 大口径光学薄膜; 光学特性; 膜厚均匀性

中图分类号: O484.4 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-2276(2015)S-0183-06

Large optical coatings fabricated by ion assisted technology

Ai Wanjun, Xiong Shengming

(Institute of Optics and Electronics, Chinese Academy of Sciences, Chengdu 610209, China)

Abstract: Optical coatings were fabricated by ion assisted deposition technology based on the largest platform of ZZS3600 high vacuum coating machine. Properties of the deposited films as well as thickness uniformity were researched. The familiar optics as Ta_2O_5 and SiO_2 were produced by the ion bombardment of MARK II ion sources. Several properties related with the optical coatings were analyzed. It suggests that great improvement achieved of the coating structure and properties of the deposited coatings under the condition that the distance between the substrate and the evaporation sources are extremely large. Based on the geometric configurations of the platform, the coating uniformity research of planetary system and single axis coating system were performed, respectively. The thickness nonuniformity is better than 0.4% without mask under the planetary system. As for single axis system, the thickness nonuniformity can be obtained less than 0.6%. High-quality large optical coatings can be acquired with the aid of double ion sources.

Key words: IAD; high vacuum coating facilities; large optical coating; optical properties; thickness uniformity

收稿日期:2015-11-05; 修订日期:2015-12-03

作者简介:艾万君(1985-),男,硕士生,主要从事光学薄膜的制备及其特性方面的研究。Email:awj422177370@163.com

导师简介:熊胜明(1964-),男,研究员,博士,主要从事光学薄膜方面的研究。Email:xsm@ioe.ac.cn

0 引言

离子源辅助镀膜技术能很好的改善薄膜的附着力,光谱稳定性,折射率,聚集密度等^[1-5]。针对传统的热蒸发镀膜技术,为了进一步改善薄膜的特性,通常的方法是在热蒸发过程中施加离子辅助。

基于离子辅助技术诸多优点,在国内建立了最大口径箱式离子束辅助镀膜设备。镀膜机尺寸为高 360 cm,直径 280 cm,配备了电子枪、离子源,可实现阻蒸、电子束蒸发、离子束辅助蒸发等光学薄膜制备工艺技术。该镀膜机可以实现单轴转动方式镀膜以及行星转动方式镀膜。

360 cm 高真空箱式镀膜机 ZZS3600 配备了 2 个 MARK II 离子源,该离子源具有低能量(40~200 eV)、高束流密度(0.1~5 mA/cm²)、宽范围(30°半角)覆盖等优点^[6-8]。离子源可以用于镀前基片清洗,以去除基片表面污染来改善基片与膜层附着力;镀膜过程中离子轰击以改善薄膜性能。Mark II 离子源具有合适的离子轰击能量、工作稳定等特点,可大大提高膜层的附着力,减小因离子能量过高造成粒子反溅射或薄膜损伤,降低镀膜工艺所需的烘烤温度,可实现“冷镀”^[9-10]。因此,对于大口径光学元件的制备,采用离子辅助沉积技术(IAD)可以实现低温沉积而避免传统基底加热方式沉积给大口径元件造成的热损伤。

薄膜的光学及机械特性强烈的依赖于薄膜的沉积环境。制备大面积、性能稳定、光学均匀性优异的薄膜与镀膜机空间几何配置、蒸发源与基底相对位置关系以及离子源运行状态密切相关。利用 ZZS3600 镀膜设备,采用 IAD 技术分别制备了常见的高低折射率 Ta₂O₅ 薄膜与 SiO₂ 薄膜,以分析薄膜的光学及机械特性。采用相同工艺制备了双面增透膜以及多层介质反射膜。行星转动方式及单轴转动方式下,对大口径镀膜膜厚均匀性进行了研究与分析。行星转动方式下,分析了直径 140 cm 行星盘工件膜厚均匀性;单轴转动方式下,分析了 200 cm 光学元件膜厚均匀性。

1 离子束辅助沉积薄膜与特性表征

1.1 光学薄膜的制备

采用双离子束反应辅助沉积技术制备单层光学

薄膜。膜料分别为 Ta₂O₅ 颗粒、SiO₂ 颗粒。各个单层膜制备条件一致,本底真空为 7.0×10^{-4} Pa,两个离子源充氧后真空室气压为 1.2×10^{-2} Pa,充氧量均为 45 sccm,基底不加热。电子枪蒸发源与基底面垂直高度约 185 cm,两个离子源均水平放置且与基底面垂直高度约为 140 cm。采用 IC/6 晶控方式监控,Ta₂O₅ 薄膜沉积速率约为 0.1 nm/s,SiO₂ 薄膜沉积速率约为 0.17 nm/s。离子源阳极电压为 260 V,阳极电流约为 9.5 A,通过氧离子束反应辅助沉积技术制备光学薄膜。基底材料为单晶硅、JGS1、K9、ZF2,用于分析单层膜特性。采用相同的工艺,利用 Ta₂O₅、SiO₂ 制备了双面增透膜,分析多层薄膜光学特性及结构特性。为了研究与分析行星转动以及单轴转动方式下大口径元件膜厚均匀性,利用 Ta₂O₅、SiO₂ 介质材料制备了多层介质反射膜,多层介质薄膜制备工艺与单层膜制备工艺一致,膜系结构为 Sub/(HL)61H/Air,用于分析与调节薄膜均匀性。

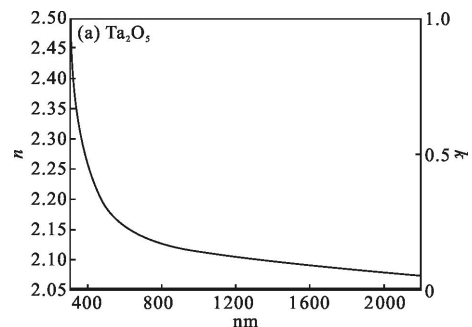
1.2 光学薄膜的特性表征

薄膜的光学常数利用可变角光谱椭圆偏振仪进行分析测试,测试波长范围为 350~40 000 nm。薄膜的晶体结构采用日本理学 D/max- γ A 型 X 射线衍射仪(XRD)进行测试。所用靶材为 Cu 靶,40 kV/30 mA,扫描波长为 0.154 05 nm,扫描角度范围为 10~70°,扫描步长为 0.03°。薄膜的表面形貌及断面结构采用 SU8010 型扫描电子显微镜(SEM)进行观察得到。薄膜的透射光谱曲线采用 Perkin Elmer 公司生产的 Lambda1050 分光光度计进行测试,透射率测量精度为 $\pm 0.08\%$ 。

2 结果与讨论

2.1 光学薄膜的性能

薄膜的光学常数采用可变角光谱椭圆偏振仪进行测试,Ta₂O₅、SiO₂ 单层膜测试结果如图 1 所示。



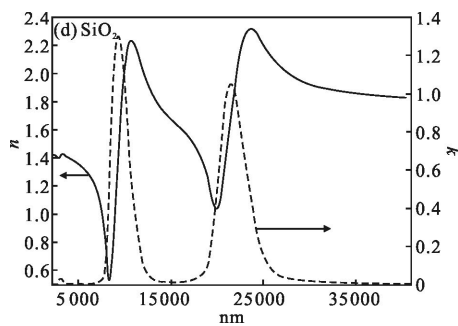
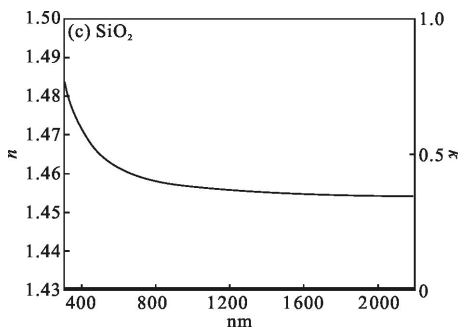
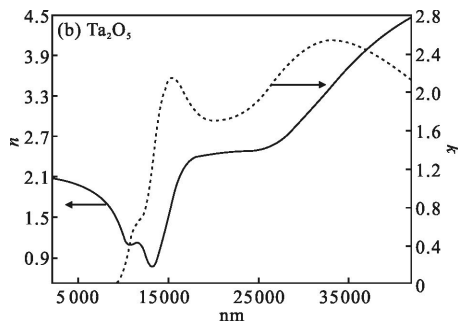


图 1 单层 Ta₂O₅、SiO₂ 薄膜折射率色散曲线

Fig.1 Dispersion data of Ta₂O₅ and SiO₂ thin films, respectively

薄膜的折射率与聚集密度是相互关联的，聚集密度的高低将影响薄膜的折射率，光学厚度及均匀性、硬度、应力和化学及热稳定性^[11]。利用离子源辅助制备的 Ta₂O₅ 薄膜折射率为 2.17 (λ=550 nm)，SiO₂ 薄膜折射率为 1.46(λ=550 nm)，分别接近 Ta₂O₅ 体材料与 SiO₂ 体材料的折射率，薄膜比较致密。Ta₂O₅ 与 SiO₂ 单层薄膜 SEM 表面扫描测试结果如图 2 所示。

由图 2 可以看出，离子源辅助沉积制备的单层 Ta₂O₅ 与 SiO₂ 薄膜，其表面结构缺陷均较少，结构均匀，薄膜比较致密，与薄膜折射率体现的结果是一致的。在 MARK II 离子源宽范围均匀覆盖的作用下，得到了均匀的表面结构。图 3 给出了 Ta₂O₅ 薄膜的 XRD 谱。

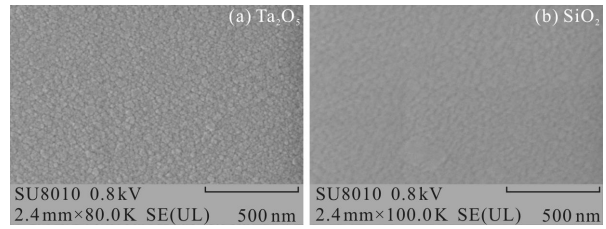


图 2 单层膜 SEM 表面扫描测试结果

Fig.2 SEM micrographs of Ta₂O₅ and SiO₂ single layer, respectively

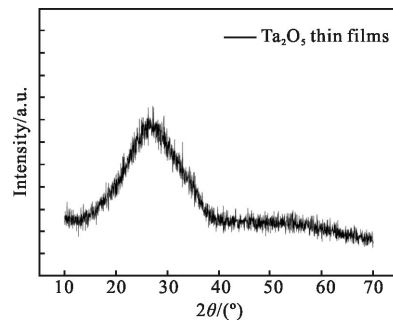


图 3 单层 Ta₂O₅ 膜 XRD 谱

Fig.3 XRD spectra of single Ta₂O₅ thin film

由于蒸发源距基底较远(垂直距离约185 cm)，薄膜沉积速率较低，基底未加温，通过离子束辅助沉积制备的薄膜均未出现结晶，表现为非晶状态。该结果表明 Ta₂O₅ 薄膜的结晶温度较高，薄膜结晶所需的能量较高。低温基底制备致密的非晶薄膜与低的沉积速率，MARK II 离子源特性以及沉积环境密切相关。

由单层膜的光学特性可以看出，利用离子源辅助沉积，光学薄膜的致密度较高，膜层性能稳定。采用相同的工艺条件，利用 Ta₂O₅、SiO₂ 制备了双面增透膜，单面及双面 AR 膜光谱测试曲线如图 4 所示。两次制备的 AR 膜光谱曲线基本一致，工艺重复性较好。图 5 给出了单面 AR 膜表面 SEM 照片以及断

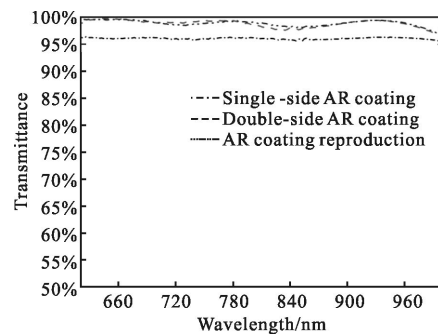
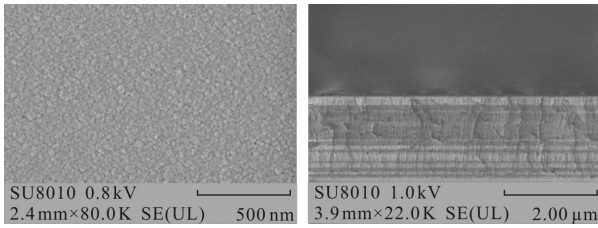


图 4 AR 膜光谱测试曲线

Fig.4 Transmittance spectra of AR coatings

面结构照片。AR 膜表面结构缺陷较少,结构均匀,薄膜结构致密。



(a) 表面扫描 (b) 断面扫描
(a) Surface micrographs (b) Cross-section micrographs

图 5 单面 AR 膜 SEM 照片

Fig.5 SEM micrographs of single-side AR coatings

由单层膜及 AR膜特性分析可以看出,在大尺度真空腔中,利用 MARK II 离子源辅助沉积,光学薄膜的致密度较高,膜层性能稳定。

2.2 光学薄膜膜厚均匀性

2.2.1 行星转动方式膜厚均匀性

ZZS3600 高真空镀膜机内装载 2 个处于相同高度的行星盘均匀性实验夹具,两个行星盘最大直径 D 为 140 cm。通过理论分析与优化,得到最佳空间几何位置关系如下:行星盘所在面与蒸发源垂直高度 h_0 约 185 cm,行星盘转动轴与中心轴之间的水平距离 s 约为 80 cm,蒸发源距中心轴距离 L 约为 160 cm。在该空间几何配置下(如图 6(a)所示),不同蒸发特性 \cos^n 得到膜厚均匀性如图 7 所示。

由理论分析结果可以看出,行星转动方式下,不需要添加修正挡板,能得到很好的膜厚分布。通过实验进一步确定行星运行方式下膜厚均匀性。实验中,行星盘径向方向上分别放置 10 个测试片,等间距分布,如图 6(b)所示。

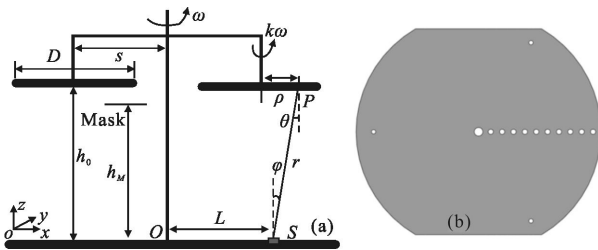


图 6 行星转动方式几何配置及实验片分布示意图

Fig.6 Fixture configuration of planetary system and the sketch map of the substrates distribution

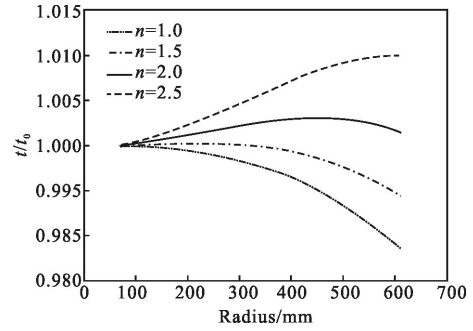


图 7 不同蒸发源发射特性下的相对膜厚分布

Fig.7 Relative thickness distribution of different source emission characteristics

通过离子束辅助沉积技术分别镀制单层 Ta_2O_5 及 SiO_2 光学单层膜,利用 Lambda1050 分光光度计测得 10 个试验片透射光谱曲线分别如图 8 和图 9 所示。

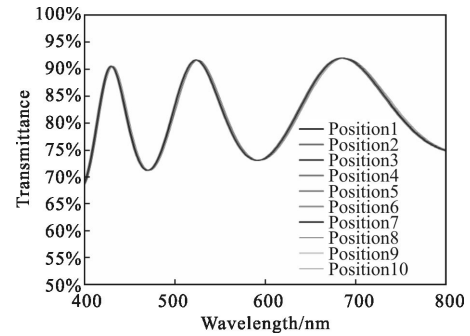


图 8 不同位置处单层 Ta_2O_5 薄膜光谱测试曲线

Fig.8 Transmittance spectra of Ta_2O_5 films prepared under different position

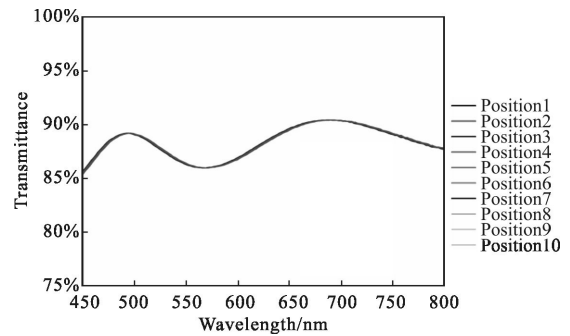


图 9 不同位置处单层 SiO_2 薄膜光谱测试曲线

Fig.9 Transmittance spectra of SiO_2 films prepared under different position

光学元件膜厚不均匀性记为: $(\lambda_{\max} - \lambda_{\min}) / \lambda_{\text{avg}} \times 100\%$ 。其中 $\lambda_{\max} = \max(\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_{10})$, $\lambda_{\min} = \min(\lambda_1, \lambda_2,$

...、 λ_{10}), $\lambda_1, \lambda_2, \dots, \lambda_{10}$ 为 10 个测试片参考波长的实际位置, λ_{avg} 为各个参考波长实际位置的平均值。

由光谱数据得到直径 140 cm 行星盘上单层 Ta₂O₅ 薄膜厚度不均匀性为 0.34%。同样, 镀制单层 SiO₂ 薄膜, 得到直径 140 cm 行星盘上单层 SiO₂ 薄膜厚度不均匀性优于 0.4%。

为了进一步分析行星运转方式下多层介质薄膜膜厚均匀性, 采用膜系结构 Sub/(1H 1L)6 1H/Air 进行膜厚均匀性实验, 中心波长 $\lambda_0=640$ nm, H-Ta₂O₅、L-SiO₂。薄膜工艺参数不变, 制备的多层介质膜 (Ta₂O₅/SiO₂)₁₀ 个试验片光谱测试结果如图 10 所示。

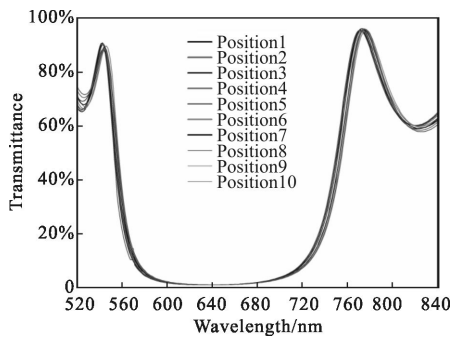


图 10 行星运转方式下不同位置处多层介质薄膜光谱测试曲线
Fig.10 Transmittance spectra of multi-layers for different position under planetary system

由光谱数据可以看出, 行星转动方式下多层介质薄膜膜厚不均匀性约 0.3%。通过实验数据与理论结果分析可以看出, 在离子束辅助沉积条件下, 蒸发源平均蒸发特性 n 在 2.0~2.1 之间, 如图 11 所示。

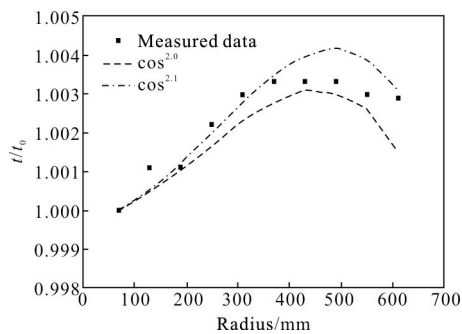


图 11 膜厚不均匀性测试结果及拟合曲线
Fig.11 Test data of film thickness nonuniformity and the fitting curves

2.2.2 单轴转动方式膜厚均匀性

采用单轴方式运转, 可以镀制较大尺寸光学元件。空间结构示意图如图 12(a)所示。L 与 h_0 参数不

变, D 为 200 cm。

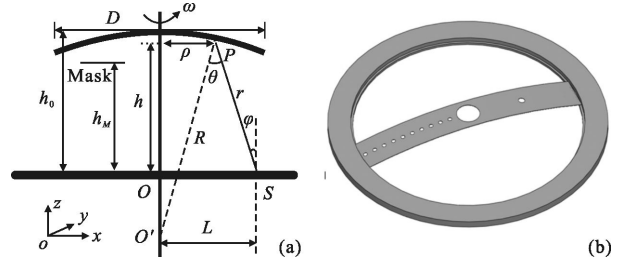


图 12 单轴转动方式几何配置及实验片分布示意图

Fig.12 Fixture configuration of single axis system and the sketch map of the substrates distribution

根据单层膜工艺参数, 镀制多层介质薄膜, 膜系结构为 Sub/(1H 1L)6 1H/Air。实验中, 实验盘径向上分别放置 10 个测试片, 等间距分布, 如图 12(b)所示。通过实验得到无修正挡板的情况下, 薄膜的膜厚分布如图 13 所示。

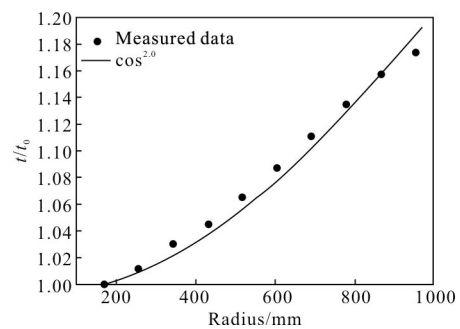


图 13 单轴运转方式下不同位置处多层介质薄膜膜厚均匀性
Fig.13 Relative thickness distribution of multi-layers for different position under single axis system

由于薄膜制备重复性较好, 蒸发特性稳定, 通过理论计算的得到修正挡板 MASK 起始形状。根据弧长修正的方法^[12], 得到最终的修正挡板如图 14 所示。

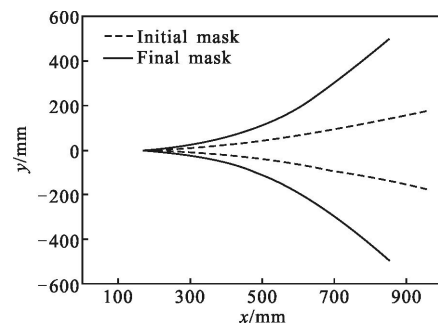


图 14 单轴转动方式下膜厚修正挡板
Fig.14 Mask for single axis system

在修正挡板的作用下,通过实验测得不同位置处实验片光谱曲线如图 15 所示。

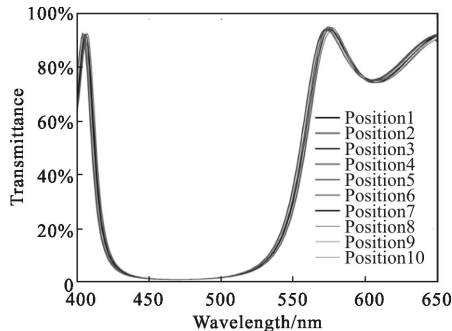


图 15 单轴运转方式下不同位置处多层介质薄膜光谱测试曲线
Fig.15 Transmittance spectra of multi-layers for different position under single axis system

由光谱曲线结果可以得到薄膜膜厚不均匀性优于 0.6%。对于大口径光学元件,单轴运转方式下,利用挡板修正,膜厚均匀性可以得到很好的控制。

3 结 论

离子束辅助沉积技术可以很好的改善光学薄膜的特性。研究了大尺寸真空腔中利用 MARK II 离子源反应辅助沉积技术制备单层及多层光学介质薄膜的特性,薄膜性能稳定。优化了真空腔中电子枪、离子源、基板位置等几何位置配置关系。行星转动方式下,直径 140 cm 行星盘膜厚不均匀性优于 0.4%;单轴转动方式下,直径 200 cm 光学元件在修正挡板作用下膜厚不均匀性控制在 0.6%以内。实验结果表明,采用双离子束辅助反应蒸发技术有利于实现低温沉积高性能大口径光学薄膜。

参考文献:

- [1] James J McNally, Ghanim A Al-Jumaily, John R McNeil, et al. Ion assisted deposition of optical and protective coatings for heavy metal fluoride glass [J]. *Applied Optics*, 1986, 25 (12): 1973-1976.
- [2] Gu Peifu, Chen Yenming, Hu Xuequn, et al. Properties of dielectric coatings produced by ion assisted deposition [J]. *Applied Optics*, 1989, 28(15): 3318-3322.
- [3] Hansjörg N, Sven L, Michael K, et al. Ion-assisted deposition of oxide materials at room temperature by use of different ion sources [J]. *Applied Optics*, 1999, 38 (16): 3610-3613.
- [4] Woo Seouk-Hoon, Chang Kwon Hwangbo. Effects of annealing on the optical, structural, and chemical properties of TiO₂ and MgF₂ thin films prepared by plasma ion-assisted deposition [J]. *Applied Optics*, 2006, 45(7): 1447-1455.
- [5] Ai Wanjun, Xiong Shengming. Properties of thin films prepared with End-Hall and APS ion assisted deposition [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2011, 38(11): 1107001. (in Chinese)
艾万君, 熊胜明. End-Hall 与 APS 离子源辅助沉积制备的薄膜特性[J]. *中国激光*, 2011, 38(11): 1107001.
- [6] Culver T R, Pawlewicz W T, Zachistal J H, et al. developments in ion assisted multilayer coatings [C]//SPIE, 1993, 1848: 192-199.
- [7] Michael L Fulton. Approaches explored for producing a variety of ion-assisted-deposited thin-film coatings using an end-Hall ion source [C]//SPIE, 1996, 2776: 114-125.
- [8] Michael L Fulton. Application of ion-assisted-deposition using a gridless end-Hall ion source for volume manufacturing of thin-film optical filters [C]//SPIE, 1994, 2253: 374-393.
- [9] Walter T P, Thomas R C, John H Z. Ion assisted evaporative coating of 2-meter optics[C]//SPIE, 1992, 1618: 2-13.
- [10] Walter T P, Thomas R C, Chiello M W, et al. Low-energy high-flux reactive ion assisted deposition of oxide optical coatings: performance, durability, stability and scalability [C]//SPIE, 1994, 2262: 2-13.
- [11] Ritter E. Optical films materials and their applications [J]. *Applied Optics*, 1976, 15(10): 2318-2327.
- [12] Lee Chengchung, Wan Dershen, Jaing Chengchung, et al. Masking aspherical mirrors by thin-film deposition [J]. *Applied Optics*, 1993, 32(28): 5535-5540.