反应磁控溅射法制备二氧化硅薄膜的研究

朱春燕，王稳奇，郗华
（西安工业大学北方信息工程学院，西安 710025）

[摘 要] 采用反应磁控溅射的方法沉积二氧化硅薄膜，研究了二氧化硅薄膜的光学特性，并与用反应离子束溅射方法沉积二氧化硅薄膜进行了对比。实验结果表明：用反应磁控溅射法沉积二氧化硅薄膜，薄膜的折射率、沉积速率主要受反应气体（氧气）浓度的影响，氧气含量超过 15%（体积分数）后，溅射过程进入反应模式，沉积速率随氧气浓度增加而降低；入射光波长为 630 nm 时，薄膜折射率为 1.50。对比 2 种薄膜沉积方法后确定，在二氧化硅薄膜工业生产中，反应磁控溅射方法更为可取。

[关键词] 磁控溅射；二氧化硅薄膜；光学特性
[中图分类号]O484.4 [文献标识码]A [文章编号]1001-3660(2010)04-0008-03

Reactive Magnetron Sputtering Method for Deposition of Silicon Oxide Thin Films

ZHU Chun-yan, WANG Wen-qi, XI Hua
(Xi'an Technological University North Institute of Information Engineering, Xi'an 710025, China)

[**Abstract**] Optical characteristic of silicon oxide thin films deposited by the reactive magnetron method have been compared to those deposited by the reactive ion-beam sputtering method. Dependences of refractive index and deposition rate on oxygen concentration in Ar/O_2 working gas mixture were determined. By the reactive magnetron method at O_2 content in working gas mixture more than 15% were deposited silicon oxide films with refractive index 1.50 on the wavelength 630 nm. In case of the the reactive magnetron the SiO_2 film deposition rate decreases when the process is switched to the reactive mode. Comparison of two kinds of thin film deposition method was determined, choose the reactive magnetron method for industrial formation of the oxide silicon thin films.

[**Key words**] reactive magnetron method; silicon oxide thin films; optical characteristic

随着光学薄膜的巨大发展，特别是在大面积柔性材料基片上沉积多层薄膜技术的出现，使柔性电子产品的设计制造成为可能，这种薄膜产品可用在平面电子显示板、太阳能设备、电子标签、低成本的传感器及一些一次材料上，而铝箔和某些高分子材料可以作这种柔性的薄膜基底。但这种柔性基底的热稳定性很差，在沉积薄膜时，温度不能超过 120 ℃。研究表明，将温度控制在 70～80 ℃，制备出的二氧化硅薄膜光学性能良好[1]。传统利用电子束热蒸发和离子束辅助镀膜技术在光学玻璃上沉积二氧化硅薄膜的方法，都会使基片温度达到 300 ℃左右[2]，不可能满足这种薄膜制备的要求。此外，设计在大面积基底上沉积的电子枪也比较困难。因此，现今的薄膜制备技术需尽量减少薄膜基底对薄膜发展的限制[3]，人们因而提出了反应溅射的方法。采用反应溅射技术制备薄膜，不需要对基底加热，并可在多种基底上沉积薄膜，包括一些不耐高温的高分子基底[4]。目前，反应磁控溅射广泛应用于各种薄膜零件的制备。文中利用反应磁控溅射方法制备二氧化硅薄膜，研究了薄膜的光学特性，并与离子束反应溅射方法制备二氧化硅薄膜进行了对比，拟选择适合工业应用的沉积方法。

1 实验

1.1 实验装置

实验采用的设备是北京仪器厂生产的 ZZX-1100 型真空实验台。真空室内安装有磁控溅射源、离子清洗源、离子束溅射源，实验装置原理见图 1。离子清洗源用离子清洗基底表面，其余 2 个溅射源用于溅射靶材沉积薄膜。基底材料为 K9 光学玻璃，基片放置在

[收稿日期]2010-05-11；[修回日期]2010-05-31
[基金项目]西安工业大学北方信息工程学院院长基金(BXXJJ-1002)
[作者简介]朱春燕(1982－)，女，陕西西安人，硕士，助教，主要从事光学薄膜技术的教学与研究。

可上下移动的基片架上，靶与基片的距离为 18 cm。

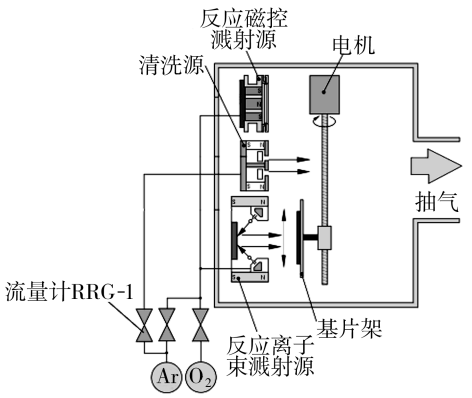


图 1　溅射系统

Fig. 1 Scheme of sputtering systerm

1.2　实验方法

1.2.1　反应磁控溅射法

真空室抽至 5×10^{-3} Pa 后开始工作。先用清洗源清洗基片，清洗源的工作气体为氩气，通入氩气后真空室的气压为 2.0×10^{-2} Pa，清洗源工作的离子能量为 500 eV，放电电流为 70 mA，清洗时间为 3 min。清洗完成后进行磁控溅射，溅射靶材为单晶硅靶（靶尺寸 ϕ100 mm×10 mm），工作气体为氩气，反应气体为氧气，氧气含量的变化范围为 0～50%（体积分数）。溅射工作在恒流模式下进行，溅射时，真空室的气压保持在 0.06～0.07 Pa，用质量流量计（RRG-1）控制氧气和氩气的流量。薄膜沉积厚度控制在 150～500 nm，沉积时间为 15 min。

1.2.2　反应离子束溅射法

基片清洗方法同 1.2.1，清洗后进行离子束溅射。溅射靶材为单晶硅靶（靶尺寸 ϕ100 mm×10 mm），工作气体为氩气，反应气体为氧气，靶电流为 110～150 mA，用质量流量计（RRG-1）分别控制氧气和氩气的流量，氧气含量的变化范围为 0～100%（体积分数），真空室的气压保持在 0.02～0.04 Pa，沉积时间为 15 min，薄膜沉积厚度控制在 200～400 nm。

1.2.3　薄膜性能测试

利用 M2000UI 型椭圆偏振仪测量薄膜的厚度、折射率，测量时入射光的波长范围为 200～1 400 nm。用测得的薄膜厚度除以沉积时间即得薄膜的沉积速率。

2　实验结果及分析

2.1　反应磁控溅射法制备薄膜的分析

2.1.1　薄膜折射率随波长的变化

图 2 为采用不同氧气浓度进行磁控溅射，所得薄膜的折射率随入射光波长的变化曲线。图 2 中，折射率的变化曲线被分为 2 个区域：对于波长小于 500 nm 的入射光，薄膜折射率 n 随着波长的增加而变化；对于波长大于 600 nm 的入射光，薄膜折射率 n 不随波长的增加而变化。这说明利用磁控溅射法制备的二氧化硅薄膜在可见和近红外区域的色散很小，薄膜光学性能良好。

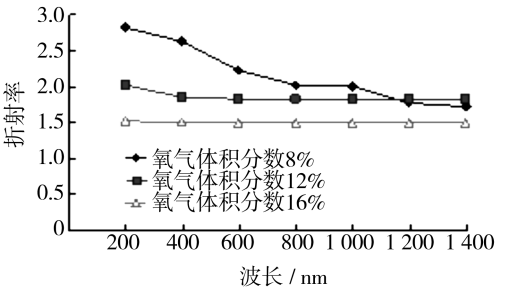


图 2　二氧化硅薄膜折射率随入射光波长的变化

Fig. 2 Dispersion of the refractive index of silicon oxide films with different wavelength

2.1.2　氧气含量对薄膜折射率和沉积速率的影响

在反应磁控溅射中，反应气体对二氧化硅薄膜特性的影响非常大，图 3 和图 4 分别为入射光波长为 630 nm 时，薄膜折射率和沉积速率随氧气浓度的变化情况。由图可见，利用反应磁控溅射制备二氧化硅薄膜，在氧气体积分数大于 15%时，溅射过程进入反应模式，溅射过程稳定，沉积速率随氧气浓度的增加而降

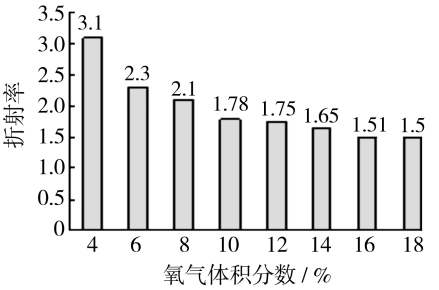


图 3　氧气含量对二氧化硅薄膜折射率的影响

Fig. 3 Refractive index of silicon oxide as a function of oxygen concentration

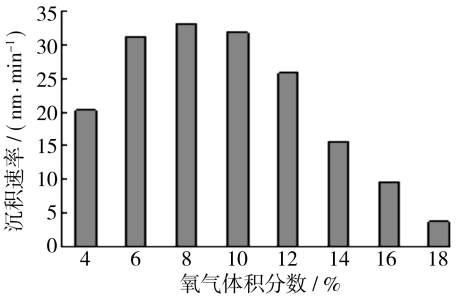


图 4　氧气含量对沉积速率的影响

Fig. 4 Deposition rate as a function of oxygen concentration

低，薄膜折射率 $n=1.50$，未出现“滞回曲线”，辉光放电过程稳定，且实验结果的重复性良好。

2.2 与离子束溅射法制备薄膜的对比

图 5 和图 6 分别为采用反应离子束溅射法，所得二氧化硅薄膜的折射率和沉积速率随氧气浓度的变化情况。图 5 表明，在氧气体积分数超过 80％的条件下进行反应离子束溅射，所得薄膜对于波长为 630 nm 的入射光，其折射率在 1.58～1.63 之间；图 6 表明，氧气浓度对沉积速率的影响很小。此外，利用反应磁控溅射沉积出光学特性良好的二氧化硅薄膜，反应气体的流量控制范围在一个很小的区域内（氧气体积分数 15％～18％）；但是利用反应离子束溅射沉积薄膜，反应气体的流量控制范围却很广泛（氧气体积分数 80％～100％），制备的过程较好控制。但在镀膜设备的维护方面，磁控溅射设备可以定期维修，还可以使用标准的镀膜设备进行替换[5]，但为了消除迟滞的放电特性，有必要采用高速率的抽气系统。离子束溅射方法制备过程虽然较为稳定，但需要更先进的设备，如等离子体或灯丝，需要补偿空间放电来减少薄膜的缺陷，同时溅射离子源需要有超过 1 m 的工作区，这对真空系统提出了更高的要求[6]。比较这 2 种制备二氧化硅薄膜的方法，反应磁控溅射法更为可取，适用于实际工业生产。

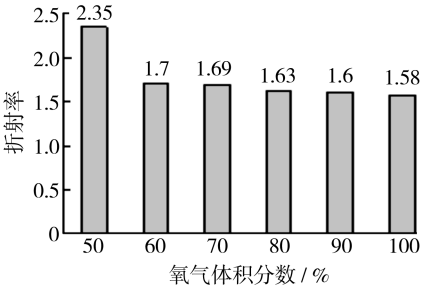


图 5 氧气含量对二氧化硅薄膜折射率的影响

Fig. 5 Refractive index of silicon oxide as a function of oxygen concentration

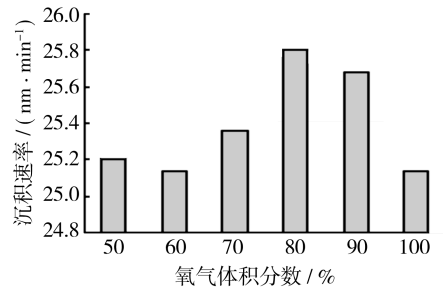


图 6 氧气含量对沉积速率的影响

Fig. 6 Deposition rate as a function of oxygen concentration

3 结论

利用反应磁控溅射制备的二氧化硅薄膜，当氧气含量超过 15％（体积分数）时，沉积过程进入反应模式；而利用离子束溅射，形成光学性能良好的薄膜，氧气流量可在更大范围内控制，其制备过程与磁控溅射方法相比更为稳定。但从工业应用中设备的简单和可以定期保养的方面来说，磁控溅射方法是工业生产二氧化硅薄膜更为可取的方法。

[参 考 文 献]

[1] 洪冬梅. 中红外激光薄膜的研究与特性分析[J]. 光学仪器印刷世界，2008，30(5)：80—82.

[2] 卢进军，刘卫国. 光学薄膜技术[M]. 西安：西北工业大学出版社，2005.

[3] 刘旭，王占山，易葵，等. 光学干涉薄膜[M]. 杭州：浙江大学出版社，2008.

[4] 付秀梅. 红外增透与保护技术的研究[J]. 激光与红外，2006，36(12)：63—64.

[5] 朱春燕. 磁控反应溅射 AlN 薄膜光学特性研究[J]. 表面技术，2008，37(1)：17—18.

[6] Igor V，Svadkovski. Optical and Mechanical Properties of SiO_2 Thin Films Deposited by Reactive Magnetron Sputtering[J]. Journal of Xi'an Institute of Technology，2006，26(3)：237—241.