

大面积头罩上类金刚石薄膜均匀性研究

付秀华¹, 杨永亮¹, 刘国军¹, 李琳¹, 潘永刚¹, Ewan Waddell²

(1. 长春理工大学 光电工程学院, 吉林 长春 130022;

2. 薄膜技术有限公司 苏格兰西部科学园 格拉斯哥 G20 0TH)

摘要: 根据军用光学仪器对红外窗口薄膜厚度均匀性的特殊要求, 采用 Femm42 软件对射频等离子体化学气相沉积系统中真空室内的电场进行模拟分析, 通过改变 DOME 的高度, 并加入一金属圆环, 解决了头罩边缘脱膜的问题。并利用田口实验方法指导实验, 以减少实验次数, 尽快找出影响薄膜性能的主次条件, 同时可以分析各工艺参数对结果的影响趋势, 最终确定最佳的工艺参数, 在大面积头罩上成功镀制了厚度均匀性小于 3%, 且能承受恶劣环境测试的类金刚石薄膜。

关键词: 光学薄膜; 头罩; 田口实验方法; 均匀性

中图分类号: O484 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-2276(2013)01-0181-04

Research of uniformity of diamond-like carbon on extensive head covering

Fu Xiuhua¹, Yang Yongliang¹, Liu Guojun¹, Li Lin¹, Pan Yonggang¹, Ewan Waddell²

(1. School of Photo-electronic Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China;

2. Thin Film Solutions Ltd, Block 7, West of Scotland Science Park, Glasgow G20 0TH, Scotland)

Abstract: According to the special requirement of optical instrument to the uniformity of thin film thickness on infrared window, Femm42 software was adopted to analyze the potential in the vacuum of radio frequency plasma enhanced chemical vapor deposition system, by changing the height of DOME, and adding a metal ring behind the DOME, the problem of delamination on the edge of dome had solved. Taguchi experimental method was used to decrease times of experiment, at the same time, the secondary condition of effecting performance of thin film was found. The effects of the process parameters on the results of thin film thickness uniformity were analyzed. Finally, the optimal parameters had confirmed. The DLC film that the uniformity is less 3% and can endure the bad environment test had successfully prepared.

Key words: optical film; dome; Taguchi experimental method; uniformity

收稿日期: 2012-05-22; 修订日期: 2012-06-19

基金项目: 国际合作项目(08GH21)

作者简介: 付秀华(1963-), 女, 教授, 博士生导师, 主要从事光学薄膜、光学工艺及测试方面的研究。Email: goptics@126.com

通讯作者: 杨永亮(1984-), 男, 博士生, 主要从事光学薄膜方面的研究。Email: singleyangyongliang@126.com

0 引言

随着军用红外技术的不断发展,军用光学仪器对红外窗口的镀膜技术提出了更高的要求,一方面需要具备耐磨、耐盐雾及温度冲击等能力,另一方面需具备优良的光学特性^[1-2]。通常情况下光学薄膜的厚度均匀性小于 5%,才能保证光学薄膜具有较好的光学特性^[3],因此在大面积拱状物上研制均匀性较好的 DLC 光学薄膜成为必要条件。

文中采用射频等离子体增强化学气相沉积(RF-PECVD)的方法,利用 Femm42 软件进行模拟分析,通过正交矩阵实验对工艺参数进行优化,并对工艺参数进行改进,在大面积头罩上制备了厚度均匀性小于 3%,且具有良好的抗恶劣环境能力和良好的机械性能的 DLC 光学薄膜。

1 沉积实验

采用 PECVD P600 设备沉积 DLC 膜,该设备配置 RF 射频源,通过调整工艺参数,例如:RF 射频源功率、气体流量、真空压力、温度等,优化膜层质量。表 1 中给出了几个参数的调整极限范围 (1 Torr = 133.3 Pa)。

表 1 参数的极限范围

Tab.1 Limit range of parameters

Temperature/°C	Flow/sccm	Power/W	Pressure/Torr
350	50	2 500	2.5E-01
30	1	30	1.0E-3

1.1 前期实验

制备 DLC 薄膜真空室内的装置采用的是上下极板电容耦合的方式,上下电极直径均为 300 mm,沉积时头罩位于下电极极板上,且电极间距可调。激励电源频率为 13.56 MHz,功率为 3 kW 的射频源,工作气体为正丁烷(C₄H₁₀)和氩气(Ar),纯度均大于 99.99%。

红外光学系统所使用的头罩有硫化锌^[4]、蓝宝石、氟化镁等,无论是哪种材料,加工成头罩的成本都很高,为此首先加工一与正式件相同尺寸的模拟件来进行前期的实验,模拟件如图 1 所示。利用

在平面上沉积 DLC 的工艺进行实验,在过程中发现头罩模拟件的下边缘很容易脱膜。开始的时候,试图改变基底温度同时增加射频源功率来解决脱膜的问题^[5],但该现象仍然存在。最后利用 Femm42 软件对真空室内的电场进行模拟,如图 2 所示,发现在边缘会出现电场的分布,头罩模拟件与电极接触的拐角附近的电场很弱,薄膜沉积的附着力变小是造成脱膜的主要原因。为此试图将其升高一定的距离,又为了避免有棱角的出现,加入一拱状的支架和一金属圆环,如图 3 所示。继续利用 Femm42 软件进行模拟,发现在头罩的整个表面电场分布较均匀,如图 4 所示。继续实验中发现边缘脱膜的现象基本消失。



图 1 头罩模拟件
Fig.1 Modelling dome

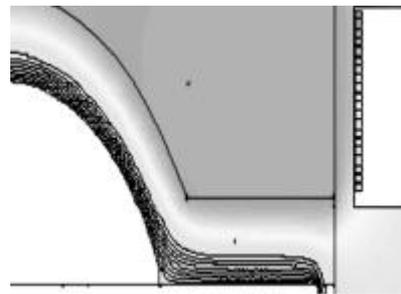


图 2 头罩模拟件直接放在电极上的电场分布
Fig.2 Potential map of modelling dome directly on cathode



图 3 加入支架和圆环后的头罩模拟件
Fig.3 Modelling dome with platen and ring

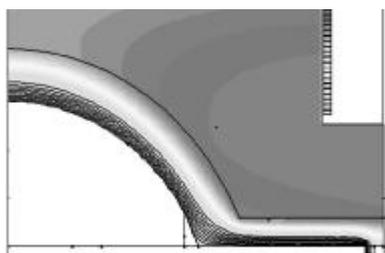


图 4 加入支架和圆环后的电场分布

Fig.4 Potential map of dome with platen and ring

1.2 后续实验

对射频等离子体增强化学气相沉积 (Rf-pecvd) 的方法而言,影响 DLC 膜的光学特性的参数有很多,主要有压强、射频源功率、气体流量等工艺参数^[6],笔者希望找到以上工艺参数的最佳组合使 DLC 膜的光学性能更好,如果将不同参数的不同取值分别进行组合,将需要做大量的实验。田口实验方法是研究与处理多因素实验的一种科学方法,具有均衡分散的特点,能在考察范围内选出代表性强的几个主要实验条件,做到均衡抽样,从而通过少数的实验次数,找到较好的工艺参数。根据田口实验方法的结果,不仅能判断出最佳的工艺条件,还可以找到影响薄膜性能的主要因素。为了确定田口实验中的数据,查阅资料并做了大量实验后,发现功率过低时膜层致密性极差,过高的功率又会使膜层的表面粗糙度增加,且会使膜层硬度降低。较低的气体流量会导致沉积速率降低,过高的气体流量会产生反应气体的浪费,同时膜层的表面粗糙度增加。过高的气压会导致真空室内残留空气,气压过低抽真空的时间延长,会降低生产效率。因此得到实验中各参数和水平,见表 2。

表 2 实验中参数与水平表

Tab.2 Parameters and level of Taguchi method in the experiment

Level	Flow	Power /W	Pressure/Torr
5	1 100	1.20E-02	+
10	1 400	6.00E-03	-

2 实验过程

对于表 2 中 3 个参数 2 种水平的实验,如果将

所有组合都进行实验,则实验的总次数将是 $2^3=8$ 次。若用田口实验方法的二水准的直交表 $L_4(2^3)^{[7]}$,只要进行 4 次实验就可得到结论。具体安排见表 3。

表 3 田口实验安排与测试结果

Tab.3 Arrangement of Taguchi experiment and the measured results

Run	Flow/ sccm	Power/ W	Pressure/ Torr	Min optical thickness/ μm	Max optical thickness/ μm	Unifor- mity/%
1	-	-	+	10.61	11.20	5.38
2	+	-	-	19.38	18.88	2.62
3	-	+	-	8.85	8.42	5.04
4	+	+	+	8.9	8.62	3.16

按照文中实验安排进行实验,保持每次实验的沉积时间为 2 h。为了得到厚度均匀性的数据,每次实验的时候都放入厚度为 2 mm、直径为 20 mm 的 Ge 基片,就可获得不同位置具有代表性的厚度信息,并将基片对应模拟件打孔的位置进行编号,如 C(center)、M(middle)、E1(edge)、E2、E3、E4,以方便数据的对比。

3 实验结果分析

表 3 中,利用瓦里安傅里叶红外光谱仪 Varian 660-IR 对膜厚进行测试,得到光学厚度值。计算膜层厚度的均匀性:

$$\text{Uniformity} = \frac{(\text{nd})_{\text{max}} - (\text{nd})_{\text{min}}}{(\text{nd})_{\text{ave}}} \times 100\% \quad (1)$$

文中对实验结果进行了分析,第一因素列为 + - ;第二因素列为 - < + ;第三因素列为 - < + 。由于均匀性要求越高越好,因此优方案应为:“+ - -”(即为 run2),而 4 次实验的结果中厚度均匀性最小的为 run2,与分析的结果相符,因此可以认为 run2 为优结果。但不能因此判断该工艺参数的组合是最佳的,笔者只做了 8 次实验中有代表性的 4 次。为了找到影响 DLC 膜厚均匀性的主、次因素,进行工艺参数的调整,就要对均匀性做级差计算。

以 Flow 为例,把包含“-”水平的 2 次实验算做一组,把包含“+”水平的 2 次实验算做另一组,将 2 组实验得到的数据分别相加并将计算结果“-”=5.38+5.04=10.42;“+”=2.62+3.16=5.78,写入表 4。

表 4 级差分析

Tab.4 Level difference analysis

	Uniformity/%		
	Flow/sccm	Power/W	Pressure/Torr
-	10.42	8.00	7.66
+	5.78	8.20	8.54
Level difference	4.64	0.20	0.88

从表 4 可以看出,影响 DLC 膜均匀性的主要工艺参数依次为反应气体流量、真空度、射频源功率,其中反应气体流量影响最为显著,在一定的参数范围内,随着气体流量的增加均匀性变好,而射频源功率的增加和真空度的升高会使均匀性变差。根据各因素对均匀性的影响,考虑到膜层的机械特性,对工艺参数进行小范围内的调整优化,可得到厚度均匀性小于 2.5% 的 DLC 膜,最终工艺参数:功率为 1050W,气体流量为 11 sccm,气压为 1.20×10^{-2} Torr。最后放入直径为 220 mm、高度为 100 mm 的锗基底正式件,利用最终的工艺参数进行镀制。

4 正式件的性能测试

(1) 机械性能测试: DLC 膜层经 3 000 转摩擦后,膜层未被磨透。

(2) 雨淋实验:雨水直径大小为 0.5~4.5 mm,时间为 1 h,膜层表面无明显变化。

(3) 盐雾实验:在浓度约为 5%,PH 值为 6.5~7.2 的盐雾中承受连续 24 h 的喷雾,并在该盐水中煮沸 1 h,膜层表面无明显变化。

5 结论

大面积拱状物上膜层厚度的均匀性一直以来都是热点问题,文中通过 Femm42 软件进行模拟分析,采用在底部增加金属环的方法,解决了头罩边缘脱膜的问题,并利用田口实验方法进行指导,利用较少的实验次数找到影响薄膜性能的主次条件,同时可以分析各工艺参数对结果的影响趋势,在大面积头罩上成功镀制了厚度均匀性小于 3%,且能承受恶劣环境测试的类金刚石薄膜,但对于一些超精密光学元件,该均匀性的值又显得相对较高,所以如何进一步改善膜层厚度的均匀性,是今后研究的重点。

参考文献:

- [1] Fu Xiuhua, Sun Yulin, He Caimei, et al. Multi-band visible and IR optical film on ZnS substrate[J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2009, 38(5): 803-806. (in Chinese)
付秀华, 孙钰琳, 贺才美, 等. 硫化锌基底可见-红外多波段的光学薄膜[J]. *红外与激光工程*, 2009, 38(5): 803-806.
- [2] Yan Lanqin, Zhang Shuyu, Liu Wei, et al. High performance infrared wide-band (7.5-11.5 μm) anti-reflective film on germanium substrate [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2010, 39(5): 871-874. (in Chinese)
闫兰琴, 张树玉, 刘伟, 等. Ge 基底 7.5-11.5 μm 波段高性能红外增透膜的研制 [J]. *红外与激光工程*, 2010, 39(5): 871-874.
- [3] Ewan Waddell, Des Gibson, Li Lin, et al. Modelling and optimization of film thickness variation for plasma enhanced chemical vapour deposition processes [C]//SPIE, 2011, 8168: 816811.
- [4] Fu Xiuhua, Jiang Huilin, Fu Xinhua, et al. Study of multi-waveband infrared antireflection and protection film [J]. *Acta Armamentarii*, 2007, 28(10): 1183-1185. (in Chinese)
付秀华, 姜会林, 付新华, 等. 多波段红外增透与保护膜技术的研究[J]. *兵工学报*, 2007, 28(10): 1183-1185.
- [5] Wang Qingliang, Sun Yanmin, Zhang Lei. Tribological properties of diamond-like carbon films deposition by PECVD [J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2011, 25(10): 73-78. (in Chinese)
王庆良, 孙彦敏, 张磊. PECVD 法制备类金刚石薄膜的摩擦学性能[J]. *材料研究学报*, 2011, 25(10): 73-78.
- [6] Wang Xiaoyi, Gao Jinsong, Chen Hong, et al. Increasing sp³ hybridized carbon atoms in germanium carbide films by increasing RF power and substrate temperature [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2012, 41(8): 2167-2172. (in Chinese)
王笑夷, 高劲松, 陈红, 等. 射频功率和衬底温度对碳化锗膜中 sp³ 杂化碳原子的影响 [J]. *红外与激光工程*, 2012, 41(8): 2167-2172.
- [7] Xu Junqi, Hang Lingxia, Xi Yingxue. Development of non-hydrogen DLC antireflective films by unbalanced magnetron sputtering (UBMS) process [J]. *Vacuum*, 2005, 24(5): 22-25. (in Chinese)
徐均琪, 杭凌侠, 惠迎雪. 非平衡磁控溅射无氢 DLC 增透膜的研制[J]. *真空*, 2005, 24(5): 22-25.