

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C23C 14/32

C23C 14/06



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200310115962.3

[43] 公开日 2004 年 12 月 15 日

[11] 公开号 CN 1554800A

[22] 申请日 2003.12.19

[21] 申请号 200310115962.3

[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

地址 130031 吉林省长春市东南湖大路 16 号

[72] 发明人 王笑夷 高劲松

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司

代理人 王立伟

权利要求书 1 页 说明书 2 页

[54] 发明名称 低压反应离子镀方法制备碳锆合金膜

[57] 摘要

本发明是低压反应离子镀方法制备碳锆合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜, 以高纯锆作为蒸发材料, 以氩气作为工作气体引入离子源, 为镀膜提供等离子体, 含碳气体作为反应气体通入真空室并在氩等离子体的作用下被电离分解, 使蒸发的锆与碳发生反应, 在基片上形成碳锆合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜。本发明方法可得到折射率变化范围较宽, 在中波红外 ($3 \sim 5 \mu\text{m}$) 和长波红外 ($8 \sim 12 \mu\text{m}$) 处低吸收的 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 膜。

ISSN 1008-4274

1、低压反应离子镀方法制备碳锆合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜, 将工件置真空室上方, 蒸发方式为电子束蒸发, 其特征在于:

- a、选择双面抛光的锆片作为基底;
- b、将氩气作为工作气体引入离子源, 气体在离子源内电离形成等离子体;
- c、在离子源和电子枪的悬浮坩埚之间产生弧光放电, 将等离子体从离子源内拉出;
- d、以含碳气体作为反应气体通入真空室, 在氩等离子体的所用下, 含碳气体被充分电离, 分解出大量的正碳离子;
- e、以高纯锆作为蒸发材料, 蒸发出的锆原子与带有较高能量的正碳离子发生反应, 在基底上沉积碳锆合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜;
- f、通过调节气体流量和锆的蒸发速率, 可以得到组分 x 不同的 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 膜。

2、按照权利要求 1 所述的低压反应离子镀方法制备碳锆合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜, 其特征在于气体流量甲烷的调节范围为 2~30sccm, 氩气的调节范围为 5~50sccm, 锆的蒸发速率为 0.1~1.0nm/s。

低压反应离子镀方法制备碳锗合金膜

技术领域：本发明是低压反应离子镀方法制备碳锗合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜，属于真空镀膜技术领域，适用于对硫化锌、硒化锌、锗等红外窗口材料做增透保护膜。

背景技术：中长波红外用的光学窗口材料，诸如 ZnS、ZnSe 和 Ge，其机械强度低、脆性大，难以抵御各种损伤，而且由于这些材料的折射率较高，需要镀增透膜才能使用，而普通的中长波红外薄膜材料硬度较低，难以承受恶劣的环境。 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 是一种硬度适当，抗雨蚀性较好的红外用光学涂层。 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 的折射率、吸收系数、内应力、硬度等性能指标，依组分 x 的不同可在较宽的范围内变化，适于多层膜系设计。

制备碳锗合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜的主要方法有：

1) 反应溅射法。用 Ar 和碳氢化合物混合气体，溅射 Ge 靶或 Ge、C 混合靶，这种方法适合于高 Ge/C 比率的 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 涂层。缺点是 Ge 靶上易生长非晶碳膜从而抑制 Ge 的溅射。

2) 等离子体化学气相沉积法。用锗烷和碳氢化合物混合气体产生辉光放电，在阴极上得到无定形 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ ，其成份由锗烷与碳氢化合物的比率来控制。缺点是锗烷价格昂贵，危险性大，而且用此方法制得的 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 膜有较大的光吸收。

发明内容：

本发明的目的是为了克服上述方法的缺点，提供低压反应离子镀方法制备碳锗合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜，本发明的基本原理：

本发明的技术方案：选择双面抛光的锗片作为基底，置于真空室的上方；蒸发材料为高纯锗，蒸发方式为电子束蒸发；将氩气作为工作气体引入离子源，气体在离子源内电离形成等离子体，在离子源和电子枪的悬浮坩埚之间产生弧光放电，将等离子体从离子源内拉出；以含碳气体作为反应气体通入真空室，在氩等离子体的作用下，含碳气体被充分电离，分解出

大量的正碳离子；以高纯锗作为蒸发材料，蒸发出的锗原子与带有较高能量的正碳离子发生反应，在基底上沉积碳锗合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜。通过调节气体流量（甲烷为 2~30sccm，氩气为 5~50sccm）和锗的蒸发速率（0.1~1.0nm/s），可以得到组分 x 不同的 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 膜。

本发明的有益效果：所采用的低压反应离子镀方法既不需要使用锗烷这样价格昂贵而又危险的气体，又可以解决溅射方法中的“靶中毒”现象，适于厚膜的镀制，并且可以得到折射率可调节范围较宽的 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 膜。同时由于此方法的工作气压在 10^{-2}Pa ，比溅射和化学气相沉积方法的工作气压低 2~5 个数量级，因此，用此方法制得的 $\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$ 膜有更小的粗糙度；膜层比较厚；均匀牢固。

具体实施方式：

实施例 1：选择双面抛光的锗片作为基底，置于真空室的上方，蒸发材料为高纯锗，蒸发方式为电子束蒸发，离子源为 DDY-120/60 等离子源。当真空度抽至 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 时，向离子源中通入氩气，流量为 30sccm，调节离子源的聚焦电流、弧源电压、灯丝电流等使氩气电离并与电子枪坩埚之间产生弧光放电，调节离子源工作参数使等离子电流值最大。在电子枪坩埚附近通入甲烷，流量为 10sccm，充气后真空度为 $7.0 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 。控制锗的蒸发速率为 0.1nm/s。蒸发出的锗原子在正离子和电子的撞击下被电离，其中一部分与碳离子发生反应，在基底上沉积碳锗合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜。

实施例 2：选择双面抛光的锗片作为基底，置于真空室的上方，蒸发材料为高纯锗，蒸发方式为电子束蒸发，离子源为 DDY-120/60 等离子源。当真空度抽至 $1.0 \times 10^{-3}\text{Pa}$ 时，向离子源中通入氩气，流量为 45sccm，调节离子源的聚焦电流、弧源电压、灯丝电流等使氩气电离并与电子枪坩埚之间产生弧光放电，调节离子源工作参数使等离子电流值最大。在电子枪坩埚附近通入甲烷，流量为 20sccm，充气后真空度为 $8.3 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 。控制锗的蒸发速率为 0.3nm/s。蒸发出的锗原子在正离子和电子的撞击下被电离，其中一部分与碳离子发生反应，在基底上沉积碳锗合金 ($\text{Ge}_x\text{C}_{1-x}$) 膜。