

# 具有大面积均匀性、高质量的大尺寸中阶梯光栅铝膜的研究\*

李资政<sup>1)2)</sup> 杨海贵<sup>1)†</sup> 王笑夷<sup>1)</sup> 高劲松<sup>1)</sup>

1) (中国科学院长春光学精密机械与物理研究所光学技术中心, 中国科学院光学系统先进制造技术重点实验室, 长春 130033)

2) (中国科学院大学, 北京 100049)

(2014年1月21日收到; 2014年4月14日收到修改稿)

大尺寸中阶梯光栅具有大孔径和极高的衍射级次, 可以实现普通光栅难以达到的极高光谱分辨率, 而制备大面积均匀性的高质量铝膜是实现高性能大尺寸中阶梯光栅的关键因素. 本文首次详细报道了具有大面积均匀性、高质量的大尺寸中阶梯光栅铝膜的制备工艺. 首先通过理论计算模拟了蒸镀过程中蒸发源的位置、发射特性以及夹具高度对铝膜均匀性的影响, 然后研究了关键的蒸发工艺参数, 例如蒸发速率、蒸发高度等对铝膜均匀性和铝膜质量的影响, 最后在最佳化的蒸发工艺条件下, 成功制备出满足大尺寸中阶梯光栅用的在直径700 mm范围内的均匀性小于1%、厚度大于10  $\mu\text{m}$ 的高质量铝膜.

**关键词:** 中阶梯光栅, 高质量铝膜, 大面积均匀性, 表面粗糙度

**PACS:** 78.40.Kc, 71.55.Ak, 68.47.De, 78.20.Bh

**DOI:** 10.7498/aps.63.157801

## 1 引言

与普通的平面闪耀光栅相比, 中阶梯光栅每毫米的刻线数目更少, 刻槽形状更精细, 其入射角、衍射角和闪耀角都比较大, 能够获得较高的衍射级次, 使其具有光谱范围宽, 分辨率好, 色散率大, 衍射效率高等优点, 从而被广泛应用于光谱探测和光谱分析等领域<sup>[1,2]</sup>. 其中大尺寸中阶梯光栅凭借其极高的衍射级次和大孔径实现了普通光栅难以达到的极高光谱分辨率(分辨率可达 $10^6$ 量级以上), 是天文观测、痕量元素探测仪器、高功率激光器等的核心光学器件<sup>[3,4]</sup>.

目前, 300 mm  $\times$  300 mm以上的大尺寸中阶梯光栅仅能通过光栅刻划机制作<sup>[5]</sup>. 其制备方法是利用金刚石刻刀挤压、抛光沉积在光栅基底上的铝膜, 使铝膜表面按设计要求发生预期的形变, 刻划出具有纳米精度的周期性微观槽形. 所以沉积铝膜

的属性, 例如铝膜的大面积均匀性、内部致密性、表面粗糙度等将对刻制出的光栅起到决定性的作用. 为了保证刻划过程中具有强的塑性成形能力, 目前用于普通光栅的小尺寸厚度较薄的铝膜大多数采用热蒸镀方式实现. 但是根据文献中的报道<sup>[6]</sup>, 如果要制备尺寸为520 mm  $\times$  420 mm的大尺寸中阶梯光栅, 铝膜在直径700 mm范围内的均匀性小于 $\pm 1\%$ , 铝膜厚度范围为10—15  $\mu\text{m}$ .

大尺寸中阶梯光栅用铝膜不同于传统反射镜铝膜, 从铝膜面积到膜层厚度都给镀膜工艺提出了新的挑战: 1) 铝膜的均匀性直接影响着光栅的衍射波前质量和衍射效率, 大尺寸中阶梯光栅所用铝膜面积较大, 给均匀性控制带来很大的难度; 2) 由于中阶梯光栅的刻槽较深, 金刚石刀刻划光栅过程中用力较大, 如果铝膜的附着力达不到要求, 易造成铝膜脱落; 3) 由于铝膜厚度较大, 膜层内部易产生缺陷, 导致致密度变差, 影响刻划后的光栅槽形; 4) 铝膜厚度越大, 表面粗糙度越差, 导致刻划后的光

\* 国家重大科研装备研制基金(批准号: ZBY2008-1)、国家自然科学基金(批准号: 61306125)、吉林省科技发展计划项目(批准号: Y3453UM130)和吉林省留学人员科技创新创业项目(批准号: Y3293UM130)资助的课题.

† 通讯作者. E-mail: yanghg@ciomp.ac.cn

栅衍射效率降低; 5) 由于在大尺寸中阶梯光栅刻划过程中金刚石刻刀的总行程将达到几十千米, 铝膜过硬会对金刚石刀具造成磨损, 无法完成光栅整体刻划; 铝膜过软则不易成槽, 将直接影响光栅的衍射效率、杂散光等参数.

尽管热蒸发镀膜技术迄今已有近百年的历史, 但是到目前为止, 国内外对大面积铝膜的研究主要集中于铝反射镜方面, 例如镀膜的真空度、温度等工艺参数对反射镜用铝膜质量的影响<sup>[7,8]</sup>, 其所用的铝膜厚度较薄, 一般为纳米量级. 而采用热蒸发制备大尺寸中阶梯光栅用较厚铝膜却鲜有报道. 本文采用电子束热蒸发技术首次报道了大尺寸中阶梯光栅高质量铝膜的制备工艺. 我们首先通过理论计算模拟了蒸镀过程中蒸发源的位置、发射特性以及夹具高度对铝膜均匀性的影响, 然后研究了关键的蒸发工艺参数, 例如蒸发速率、蒸发高度等对铝膜均匀性和铝膜质量的影响, 最后获得了满足大尺寸中阶梯光栅用的在直径 700 mm 范围内的均匀性小于 ±1%, 厚度大于 10 μm 的高质量铝膜.

## 2 实验

为了保证所镀铝膜具有大面积的均匀性, 本实验采用了腔体直径为 1.8 m 的大型电子束蒸发镀膜机, 镀膜机内装备了美国 Telemark 公司生产的 TelemarkII 型电子枪. 在整个铝膜镀制工艺中夹具均采用旋转平面夹具, 它能够保证大面积铝膜的均匀性并有利于镀膜工艺参数的调节. 为了获得大面积高质量的铝膜, 实验过程中我们调节了蒸发速率、夹具高度等关键工艺参数. 对于铝膜均匀性的评价, 本实验利用了 CAEP 公司 Nanomap500LS 型号的台阶仪. 我们还利用了 JEOL 公司 JSM-6510 型号的扫描电子显微镜、ZYGO 公司 7200 型号白光干涉仪、Agilent 公司 Nano Indenter G200 型号纳米压痕仪对铝膜的内部结构、表面形貌以及硬度进行了详细的评价.

## 3 结果和讨论

### 3.1 铝膜均匀性

图 1 为电子束蒸发镀膜装置示意图, 其中  $H$  是夹具中心点  $P_0$  到蒸发源水平面的距离,  $L$  是蒸发源到镀膜机中心距离,  $\rho$  是考察点  $P$  到平面夹具中心点  $P_0$  的距离, 即  $P$  点所在圆的半径,  $r$  是蒸发源到考察点  $P$  的距离,  $\phi$  是  $P$  点处蒸发源蒸汽入射角,

$\theta$  为  $P$  点的蒸发角. 在铝膜镀制工艺前期我们首先理论分析了铝膜的均匀性, 在一个轨迹周期内膜层径向分布表达式为<sup>[9]</sup>

$$T_p = \int_0^T CH^{(N+1)} [H^2 + (L + \rho)^2 - 4L\rho \sin^2(\omega t/2)]^{-(N+3)} d(\omega t), \quad (1)$$

其中  $C$  为常数,  $N$  是描述蒸发源蒸发特性的参数,  $\omega$  为夹具的自转转速. 由上式可以看出, 膜层的均匀性分布与蒸发源的位置  $L$  和夹具的高度  $H$  密切相关. 图 2(a) 给出了蒸发源的位置  $L = 400$  mm 时不同夹具高度下径向 0 到 600 mm 的理论均匀性曲线, 由图可以看出当蒸发源位置固定时, 通过调节夹具高度可以获得最优的铝膜均匀性, 即夹具高度  $H = 700$  mm 时, 均匀性小于 1% 铝膜面积最大, 其半径为 255 mm. 图 2(b) 给出了在最佳化的夹具高度下, 不同蒸发源位置  $L$  与均匀性小于 1% 铝膜的最大面积对应半径的关系, 由图可以看出蒸发源位置离镀膜机中心距离越大时, 所获得的均匀性小于 1% 铝膜的最大面积越大, 相应最佳化的夹具高度越高. 本实验中为了达到半径 350 mm 范围内铝膜均匀性小于 1% 的技术指标, 并且考虑镀膜机腔内空间利用充分, 将蒸发源距离镀膜机中心距离  $L$  设置为 500 mm.

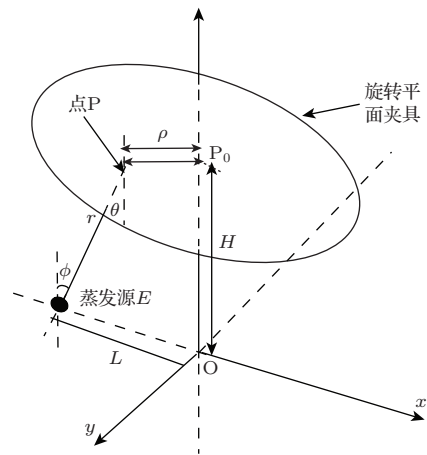


图 1 电子束蒸发镀膜装置示意图

图 3 给出了不同夹具高度下获得的均匀性实验数据, 蒸发过程中速率控制在 50 Å/s, 为了比较, 图中同时给出了理论性数据, 图中实线表示实际镀制的铝膜的均匀性实验数据, 虚线表示薄膜的理论均匀性曲线. 可以看出均匀性实验数据与理论数据基本符合, 在  $H = 900$  mm 时铝膜的均匀性小于 1% 的面积最大, 相应半径为 360 mm, 达到实验预期目标.

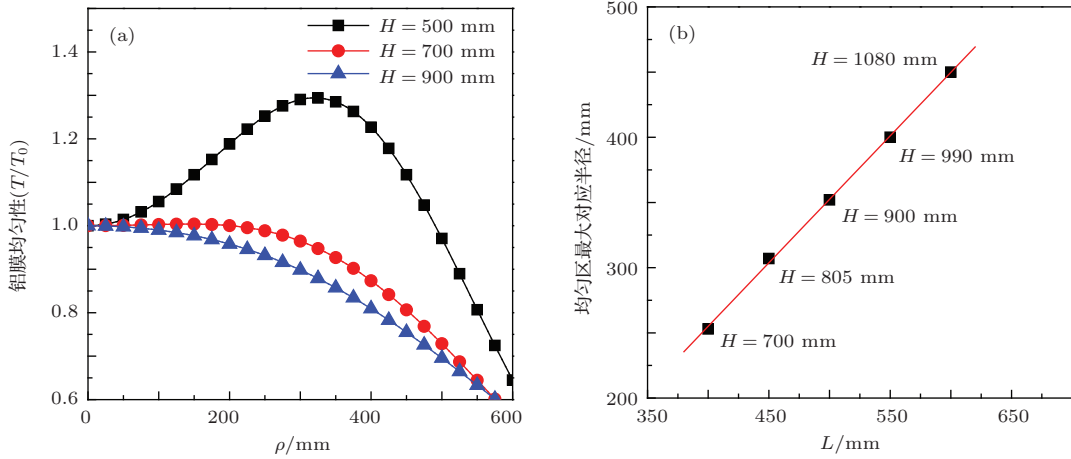


图2 (a) 蒸发源的位置  $L = 400$  mm 时不同夹具高度下径向 0 到 600 mm 的理论均匀性曲线; (b) 在最佳化的夹具高度下, 不同蒸发源位置  $L$  与均匀性小于 1% 铝膜的最大面积对应半径的关系

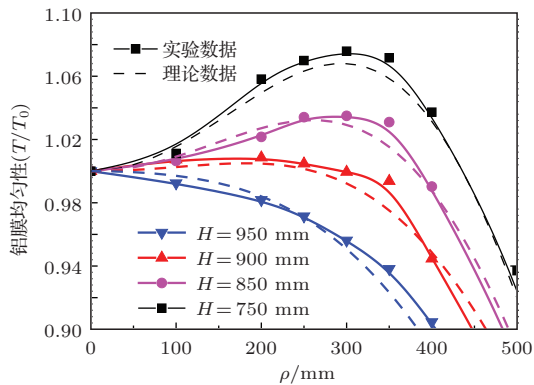


图3 不同夹具高度下获得的均匀性实验和理论数据(实线表示实际镀制的铝膜的均匀性实验数据, 虚线表示薄膜的理论均匀性曲线)

### 3.2 铝膜质量

除了铝膜的均匀性, 铝膜的质量对刻划后光栅槽形和刻划效率也会造成极大的影响. 为了提高铝膜的质量, 我们首先研究了夹具的高度对铝膜质量的影响. 图 4 给出了不同夹具高度下铝膜内部的扫描电镜图, 蒸发过程中速率控制在  $50 \text{ \AA/s}$ . 由图可知, 铝膜的致密度强烈依赖于夹具高度  $H$ , 当夹具位置较低时, 即图 4(a) 中  $H = 600$  mm, 铝膜内部存在大量孔洞, 其致密性非常差; 随着夹具位置升高, 即图 4(b) 中  $H = 750$  mm, 孔洞的数量和尺寸均大幅度减小, 膜层的致密性得到显著提升; 当夹具位置升高至  $H = 900$  mm 时(图 4(c)), 铝膜内部基本上看不到孔洞, 膜层非常致密. 所以适当提升夹具高度会大幅度改善铝膜内部质量, 减少膜层内部缺陷, 使铝膜内部更加致密, 从而提高光栅的刻划质量和衍射效率.

我们认为夹具高度对铝膜致密度的影响主要是由于蒸发角的不同引起的, 这是由于镀膜过程

中蒸发角会对薄膜的内部结构产生影响, Robbie 等 [10] 曾经探讨了蒸发角和膜层中柱状生长方向之间的关系, 实现了对膜层结构在三维方向上的控制; Toader 等 [11] 通过改变蒸发角的手段制备出了三维光子带隙晶体材料; Kennedy 等 [12] 通过改变蒸发角的手段在玻璃基底上镀制了  $\text{SiO}_2$  渐变折射率增透膜; 国内的研究小组也曾报理论探讨了蒸发角对薄膜内部结构以及折射率的影响 [13]. 但是蒸发角对镀制较厚铝膜内部缺陷、表面粗糙度等质量方面的影响至今未见报道. 在本实验中当夹具高度升高时, 夹具上同一位置对应的蒸发角变小, 铝膜更倾向于垂直生长, 膜层内部的孔洞数量变少, 从而铝膜的致密度得到提高.

除了夹具高度, 蒸发速率对铝膜的质量也可能造成影响. 图 5 给出了不同蒸发速率下铝膜内部的扫描电镜图, 根据图 4 的研究结果, 蒸发过程中我们将夹具高度置于 900 mm. 由图可知, 铝膜的致密度不仅仅依赖于夹具高度, 蒸发速率的变化也会造成铝膜内部缺陷的产生, 对比  $10 \text{ \AA/s}$ ,  $50 \text{ \AA/s}$ ,  $100 \text{ \AA/s}$  不同蒸发速率下铝膜内部扫描电镜图, 可以看出蒸发速率较低时(图 5(a)), 膜料分子动能小, 生长的膜层疏松, 铝膜内部质量较差; 当蒸发速率提高时膜料分子动能增大, 生长的铝膜会变得更加致密(图 5(b)), 但是当速率过高时, 铝膜内部反而产生孔洞, 这可能是因为膜料分子动能很大, 沉积到基底表面时造成基板温度过高, 使得膜层内部产生缺陷. 所以将蒸发速率控制在  $50 \text{ \AA/s}$ , 此时蒸发速度较高, 且铝膜内部致密度良好, 这样既能够达到改善铝膜内部致密度的目的, 也缩减了整个镀膜过程所需时间, 大大提高了工艺效率.

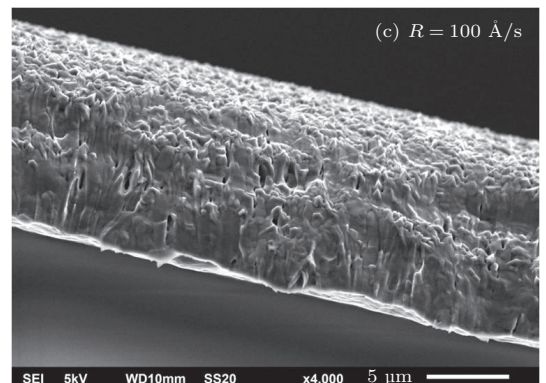
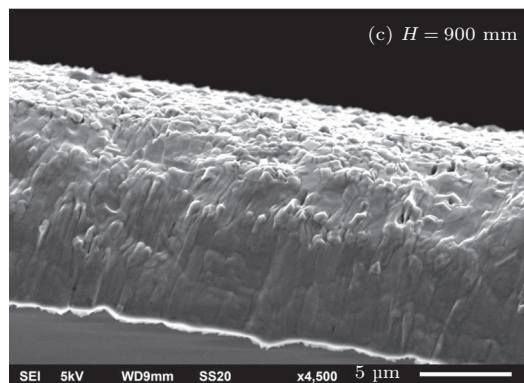
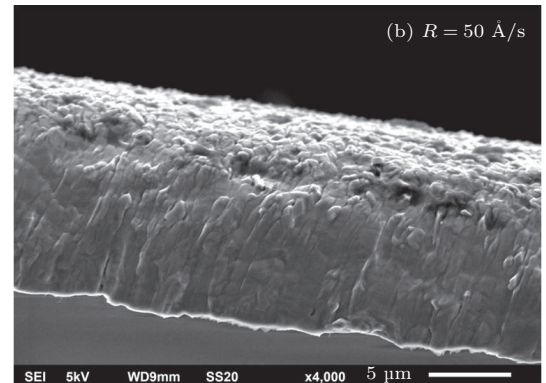
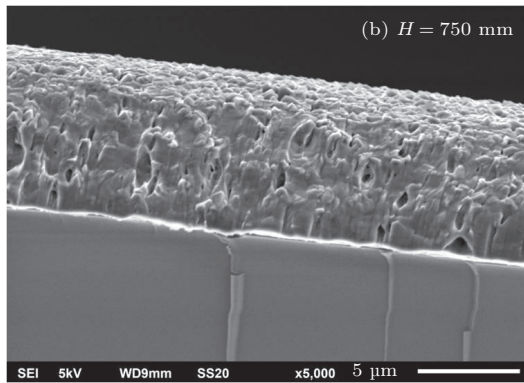
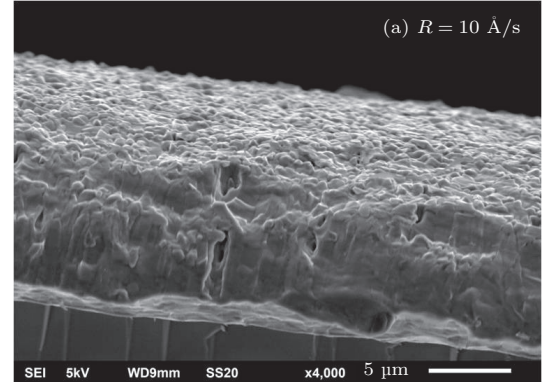
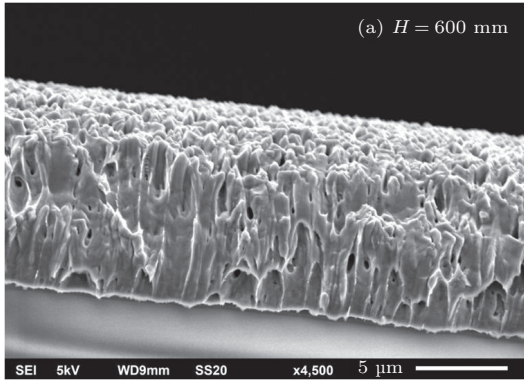


图4 不同夹具高度下铝膜内部的扫描电镜图

图5 不同蒸发速率下铝膜内部的扫描电镜图

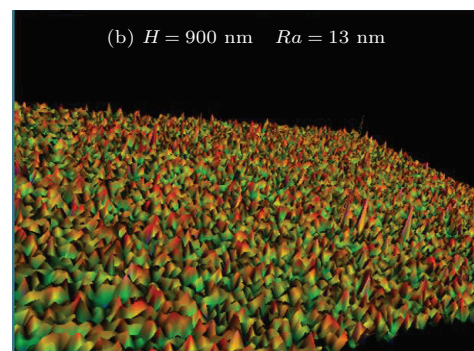
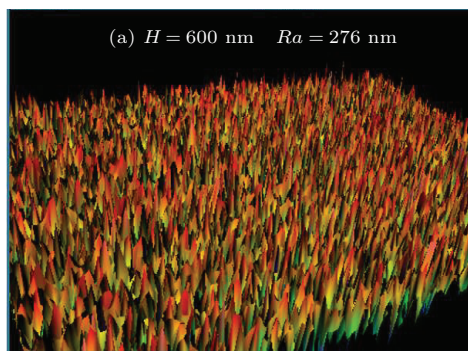


图6 蒸发速率控制在  $50$  Å/s 时夹具高度分别为 (a)  $H = 600$  nm 和 (b)  $H = 900$  nm 的铝膜表面粗糙度的三维图像

除了铝膜的内部致密度,我们还研究了夹具高度与蒸发速率对铝膜表面的粗糙度和硬度的影响.表1给出了由白光干涉仪测量的在不同夹具高度以及不同蒸发速率下铝膜表面粗糙度数据.为了更加直观地比较,我们在图6中给出了蒸发速率控制在 $50 \text{ \AA/s}$ 时夹具高度分别为 $600 \text{ mm}$ 和 $900 \text{ mm}$ 的铝膜表面粗糙度的三维图像.显而易见,一方面夹具高度越高铝膜表面的粗糙度越低,另一方面蒸发速率过大或过小都会使铝膜的表面粗糙度变差,也就是说铝膜表面的粗糙度和图4,图5中铝膜内部致密度的变化规律相同,说明膜层内部致密度将直接决定薄膜表面的粗糙度,所以铝膜表面粗糙度可以直接反应膜层内部质量,粗糙度越小,刻划后光栅的衍射效率越高,光栅的散射光越少.在最佳化的工艺条件下,铝膜表面粗糙度 $Ra$ 由最初的 $276 \text{ nm}$ 降低至 $13 \text{ nm}$ .表2给出了不同夹具高度以及不同蒸发速率下纳米压痕仪测量的铝膜硬度数据,由表可知,当夹具高度 $H = 900 \text{ mm}$ 、蒸发速率控制在 $50 \text{ \AA/s}$ 时,因为铝膜最为致密,相应地其硬度也最大,此硬度正好满足中阶梯光栅的刻划要求.

表1 不同夹具高度以及不同蒸发速率下铝膜的表面粗糙度

$R = 50 \text{ \AA/s}$				$H = 900 \text{ mm}$			
$H/\text{mm}$	600	750	900	$R/(\text{\AA/s})$	10	50	100
$Ra/\text{nm}$	276	110	13	$Ra/\text{nm}$	41	13	76

表2 不同夹具高度以及不同蒸发速率下铝膜的硬度

$R = 50 \text{ \AA/s}$				$H = 900 \text{ mm}$			
$H/\text{mm}$	600	750	900	$R/(\text{\AA/s})$	10	50	100
铝膜硬度/GPa	0.311	0.352	0.394	铝膜硬度/GPa	0.379	0.394	0.370

到目前为止,国内外对铝的研究主要集中于铝化合物材料<sup>[14,15]</sup>及铝合金材料<sup>[16]</sup>的研究,对大面积铝膜的研究主要集中于铝反射镜方面<sup>[17]</sup>,例如镀膜的真空度、温度等工艺参数对反射镜用铝膜质量的影响,其所用的铝膜厚度较薄,一般为纳米量级.而本文所制备的铝膜主要用于大面积的中阶梯光栅,其厚度要求在 $10\text{--}15 \mu\text{m}$ 之间,虽然如此厚的铝膜质量对刻划后的光栅衍射效率起决定性的作用,但是对其制备工艺的研究在国内外却鲜有报道,本文通过改变镀膜过程中的工艺参数,不仅实现了铝膜在大面积范围内的均匀性,更为重要的是制备出了能够满足中阶梯光栅用的致密度高、表面粗糙度低、硬度适中的高质量铝膜,从而为其在中

阶梯光栅上的应用提供了重要的研究数据.

## 4 结 论

本文首次详细报道了大尺寸中阶梯光栅高质量铝膜的制备工艺.我们首先通过理论计算模拟了蒸镀过程中蒸发源的位置、发射特性以及夹具高度对铝膜均匀性的影响,然后研究了关键的蒸发工艺参数,例如蒸发速率、蒸发高度等对铝膜均匀性和铝膜质量的影响.不仅通过调节夹具高度实现了铝膜的大面积均匀性,还发现了蒸发高度越高或蒸发速率越大时,铝膜的致密度越高、表面粗糙度越低、硬度越大,但是蒸发速率大到一定程度时,铝膜的质量反而会下降.最后在最佳化的蒸发工艺条件下,获得了满足大尺寸中阶梯光栅用的在直径 $700 \text{ mm}$ 范围内的均匀性小于 $1\%$ 、厚度大于 $10 \mu\text{m}$ 的高质量铝膜.

## 参考文献

- [1] George R H 1949 *J. Opt. Soc. Am.* **39** 522
- [2] George R H, James E A, Jean C 1952 *J. Opt. Soc. Am.* **42** 706
- [3] William L 1970 *Applied Optics* **9** 23
- [4] Vogt S 1987 *Astron. Soc. Pac.* **99** 12
- [5] George R H, Erwin G L, Robert S W 1976 *Applied Optics* **15** 971
- [6] Zhang F C, Yu H L, Zhou J X 2013 *Journal of Changchun University of Technology* (Natural Science Edition) **34** 195 (in Chinese) [张方程, 于海利, 周敬萱 2013 长春工业大学学报(自然科学版) **34** 195]
- [7] MARTA K E G, ZORICA C O 2002 *Appl Spectrosc* **56** 24
- [8] Shikha A, Gerald S F 1998 *J. Electrochem. Soc.* **145** 28
- [9] Angus H M 2012 *Thin-Film Optical Filters* (4th Ed.) (New York: CRC Press) 595625
- [10] Robbie K, Brett M J 1997 *J. Vac. Sci. Technol. A* **15** 1460
- [11] Toader O, John S 2001 *Science* **292** 1133
- [12] Kennedy S R, Brett M J 2003 *Applied Optics* **42** 45
- [13] Shen Z C, Shao J D, Wang Y J, Fan Z X 2005 *Acta Phys. Sin.* **54** 42 (in Chinese) [沈自才, 邵建达, 王英剑, 范正修 2005 物理学报 **54** 42]
- [14] Xu X G, Zhang D L, Wu Y, Zhang X, Li X Q, Yang H L, Jiang Y 2012 *Rare Metals* **31** 107
- [15] Zhang D L, Xu X G, Wang W, Zhang X, Yang H L, Wu Y, Ma C Z, Jiang Y 2012 *Rare Metals* **31** 112
- [16] Sun X F, Wei C P, Li Q Y 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 16 (in Chinese) [孙小飞, 魏长平, 李启源 2009 物理学报 **58** 16]
- [17] Liu H, Wei Q, He S Y, Zhao D 2006 *Chin. Phys.* **15** 1086

# Investigations of high-quality aluminum film with large-area uniformity for large-size echelle grating\*

Li Zi-Zheng<sup>1)2)</sup> Yang Hai-Gui<sup>1)†</sup> Wang Xiao-Yi<sup>1)</sup> Gao Jin-Song<sup>1)</sup>

1) (*Key Laboratory of Optical System Advanced Manufacturing Technology, Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China*)

2) (*University of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China*)

( Received 21 January 2014; revised manuscript received 14 April 2014 )

## Abstract

Large-size echelle grating can have extremely high spectral resolution due to its large aperture and high diffractive order. To achieve high-performance large-size echelle grating, the preparation of high-quality aluminum film with large-area uniformity is one of the most important factors. In this paper, for the first time so far as we know, we report the preparation process of high-quality aluminum with large-area uniformity in details. First, we simulate theoretically the influence of the position and emission characteristic of the evaporation source, as well as the fixture height, on aluminum film uniformity. Then, we study the influence of some key parameters of the evaporation process (such as the evaporation height and rate) on aluminum film quality and uniformity. Finally, under the optimal conditions, we prepared successfully the high-quality aluminum film with its thickness being larger than 10  $\mu\text{m}$  and uniformity fluctuations less than 1% within a diameter of 700 mm.

**Keywords:** echelle grating, high-quality aluminum film, large-area uniformity, surface roughness

**PACS:** 78.40.Kc, 71.55.Ak, 68.47.De, 78.20.Bh

**DOI:** [10.7498/aps.63.157801](https://doi.org/10.7498/aps.63.157801)

---

\* Project supported by the National Key Scientific Research Equipment Development Foundation of China (Grant No. ZBY2008-1), the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 61306125), the Science and Technology Innovation Project of Jilin Province, China (Grant No. Y3293UM130), and the Science and Technology Development Project of Jilin Province, China (Grant No. Y3453UM130).

† Corresponding author. E-mail: [yanghg@ciomp.ac.cn](mailto:yanghg@ciomp.ac.cn)