

15

108-110

# 离子轰击在玻璃蒸发镀膜中的应用

程正勇

(安徽建筑工业学院)

TQ171.72

摘要 提出了在蒸发镀膜玻璃中引入离子轰击的方法,阐述了蒸发镀膜过程中离子轰击的工作原理,并运用断面电子扫描显微观察,评价了离子轰击对薄膜附着性能的影响。

关键词 镀膜玻璃, 离子轰击

蒸发

中图法分类号 TQ171.72

建筑镀膜玻璃的生产主要有两种方式,即蒸发镀和磁控溅射镀。蒸发镀相对后者而言主要存在着膜层附着性能差的问题,这是制约蒸发镀膜玻璃产品质量的关键。目前生产上采用了两种方法来试图提高蒸发镀薄膜的附着强度,一是利用电子或离子的碰撞脱附以提高玻璃镀膜前基片的表面活性;二是在镀膜后于烘箱中进行后序热处理。这两种方法对附着强度的贡献是有效的,但与溅射镀膜相比还存在着相当大的差距。

众所周知,在溅射成膜过程中,薄膜表面经常处于高速离子的轰击之下,正是这种与薄膜相碰撞的高速粒子的作用使溅射膜获得了良好的附着强度,因此,在蒸发镀膜过程中,引入溅射离子轰击的原理对提高蒸发膜的特性有着重要意义。

本文从经济性和有效性出发,在电阻加热蒸发式镀膜设备中引入了离子轰击的作用,重点阐述了蒸发镀膜过程中离子轰击的工作原理,并通过扫描电子显微观察,评价了离子轰击对薄膜附着性能的影响。

## 1 工作原理

在蒸镀薄膜之后,玻璃基片的表面由于沉积了一层厚约 $0.5\sim 2\ \mu\text{m}$ 的金属或合金薄膜,成为导体。然后,将表面层导体与电源的直流负高压极连接使之成为阳极,而工件架与真空室壁相对为阴极。在真空状态和极间电场作用下导入Ar气产生辉光放电。这种方式等同于平板对向直流二极溅射,如图1所示。

在等离子体建立以后, $A^+$ 离子经极间电场加速作用,获得较高能量,并向阴极(玻璃基片)高速移动,与阴极表面即蒸发镀膜层发生剧烈碰撞,在碰撞过程中, $A^+$ 离子与蒸发沉积的薄膜原子发生动量转移,这就实现了离子轰击。

离子轰击在薄膜表面引发许多物理现象,对能量不太高的 $A^+$ 离子,主要有入射 $A^+$ 离

· 收稿日期:1994-11-10

程正勇,男,1964年生,讲师,安徽建筑工业学院,合肥(230022)

子的背散射;薄膜表面原子的溅射和表面迁移等<sup>[1]</sup>。

## 2 实 验

### 2.1 薄膜的制备

将两组玻璃基片(12 cm×18 cm)经与实际生产同样的方法进行镀前清洗干燥。薄膜沉积在电阻加热式蒸发镀膜机上完成,膜材为Cr80wt%-Ni合金丝,蒸发本底真空度为 $2 \times 10^{-4}$  Pa。

离子轰击电压-1200V,Ar压力 $1.4 \times 10^0$  pa,轰击时间为5 min。

工艺流程为:清洗——蒸镀——**离子轰击**——

为便于比较,其中一组玻璃未经离子轰击处理。

### 2.2 扫描电镜观察

用S-250型扫描电镜观察样品断面,同时用JCXA-733型电子探针显微分析仪作样品的电子探针微区成份线扫描分析(EPMA)。试样经过胶木粉镶嵌后进行机械抛光,并进行喷金处理。

## 3 结果与讨论

当基片在镀膜后并被加上负高压,引发了导入的Ar气体产生辉光放电,等离子体中离子化的分子和原子数大量增加, $Ar^+$ 离子在电场加速作用下与玻璃表面先期沉积的薄膜发生强烈碰撞,随负高压的增加,碰撞基片的粒子能量也增大,这种影响,增加了先期蒸发沉积的Cr-Ni合金膜与基体之间的结合力,图2给出断面扫描电子显微分析的结果。图中A为玻璃基底;B为Cr-Ni薄膜;C为Cu膜;D为胶木。沉积一层Cu膜是为了防止Cr-Ni膜在制样过程中遭到破坏。

图2(a)为经离子轰击处理,作为比较,2(b)给出未经离子轰击处理的情况。可以看出在2(a)中,Cr-Ni薄膜与基体已分辨不出,说明由于离子轰击的引入,增大了膜-基结合力,使基结合较好,薄膜位置只可以Cr峰的半宽位置确定。另外,Si和Cr的线峰在膜-基结合处,都存在有浓度梯度,反映了离子轰击促进了薄膜原子的表面迁移及膜及基体之间相互作用。

提高了膜与基底的结合性能。在未作离子轰击处理的2(b)中,膜与基底已分离,所以膜-基结合不好。

对于真空蒸镀膜层的应力而言,主要表现为拉应力,这是因为在薄膜的形成过程中,其体积会发生收缩,而薄膜的一个面由于附着在基体上被固定住,发生畸变的晶格得不到恢复。

正如已知的,在离子轰击过程中,薄膜的表面处于高速 $Ar^+$ 离子的轰击之下, $Ar^+$ 离子以热的形式把大部分能量传递给表面原子,基片温度上升,先期沉积的薄膜的拉应力得以释

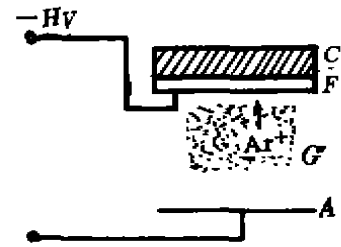


图1 离子轰击的工作原理  
A:阳极 G:等离子体 F:薄膜(阴极)  
C:玻璃 -HV:负高压

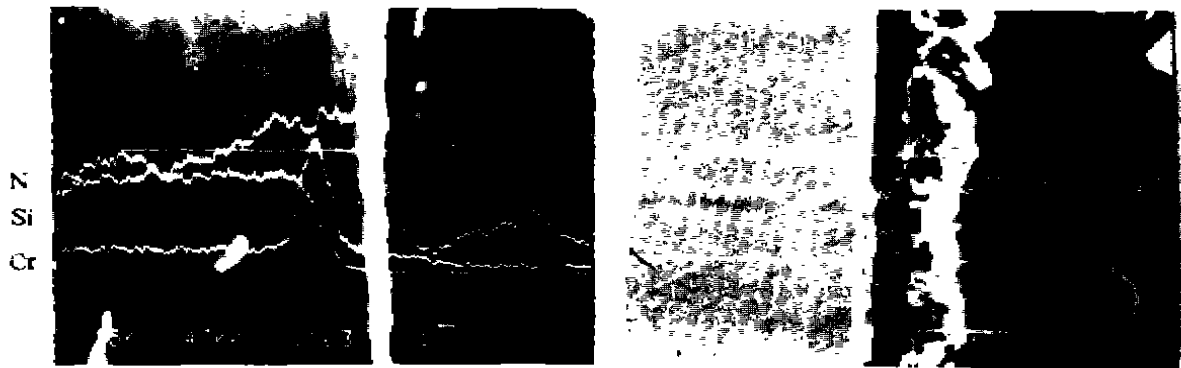


图2 两组样品的断面扫描二次电子图象分析,图中曲线为特征x射线能谱曲线。此外,与薄膜相碰撞的 $\text{Ar}^+$ 离子会把薄膜中的原子从阵点位置碰撞离位,在薄膜晶格内形成空位和间隙原子,产生钉扎效应(Pinning effect)<sup>[2]</sup>,这一作用也引起薄膜体积增加,使膜层变为压应力<sup>[3]</sup>,显然压变力状态是我们所期望的。

有人认为,构成膜基的两种物质相互扩散,是影响附着的重要因素<sup>[4]</sup>,用离子轰击等方法激励原子间相互发生扩散,其结果使界面消失(如图2(a)所示),附着能量达到较大值。膜基物质间的相互扩散可从Si和Cr线峰在膜基结合处存在着浓度梯度得到证实。但玻璃基片与薄膜间的界面结构情况,目前仍不清楚。

直接比较图2(a),(b)中的B层Cr-Ni薄膜,还可看出,在(b)中的Cr-Ni薄膜层内含有许多空隙,表明未经离子轰击处理的薄膜,其致密性不如经离子轰击处理的薄膜。早期研究证实<sup>[5]</sup>,基片负压的引入提高薄膜的致密度,主要是因为离子轰击诱发的反冲注入和再溅射,能有效促进薄膜原子发生表面迁移。

$\text{Ar}^+$ 离子与玻璃薄膜表面原子发生动量转移,将产生薄膜原子的溅射,使薄膜的厚度减薄。膜层减薄速率(即平板对向直流二极溅射之阴极材料消耗速率)可通过平板对向直流二极溅射之沉积速率来估计,约为 $1 \text{ \AA}/\text{S}$ <sup>[6]</sup>。玻璃镀膜的厚度通常在 $0.5 \sim 2 \mu\text{m}$ ,在图2中,通过Cr峰的半高宽度可测出本实验之样品膜厚约为 $2 \mu\text{m}$ ,因此,数分钟的离子轰击对膜厚的影响几乎可以忽略不计。

#### 4 结 语

随着国民经济的发展,我国建筑玻璃的真空镀膜将更多地采用连续式磁控溅射镀膜法生产,但目前,由于投资规模的限制,不少县级和乡镇企业,仍然以蒸发镀膜生产为主,因此如何有效提高蒸发镀膜玻璃的产品质量,成为当前生产的实际问题。

本文首次提出了在蒸发镀膜过程中引入离子轰击的原理,通过扫描电子的断面观察,评价了经离子轰击处理,薄膜对玻璃基体的附着,表明离子轰击对提高薄膜的附着性能是有效的。若把这种方法付诸实际生产,只需对现有设备作简单改进,且无需后序热处理,因而在技术上可行,经济上合理。

本文认为,在蒸发式镀膜玻璃生产中引入离子轰击处理具有实际推广价值。

(下转130页)