

文章编号 2095-1531(2016)06-0656-07

基底温度对中阶梯光栅厚铝膜质量的影响

孙梦至^{1,2,3},高劲松^{1,2*},李资政^{1,2,3},杨海贵^{1,2},王笑夷^{1,2}

- (1. 中国科学院 长春光学精密机械与物理研究所, 吉林 长春 130033;
2. 中国科学院 光学系统先进制造技术重点实验室, 吉林 长春 130033;
3. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要: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。中阶梯光栅通常是利用刻划机在厚铝膜上刻划而成,所以制备大面积均匀性的高质量铝膜刻划基底是实现高性能大尺寸中阶梯光栅的关键因素。在较厚铝膜的制备工艺中,基底温度是至关重要的工艺参数。本文通过电子束热蒸发镀铝工艺在不同基底温度下制备了厚铝膜样品,并利用原子力显微镜、扫描电镜等手段从宏观和微观尺度详细分析了基底温度对铝膜质量的影响。铝膜平均晶粒尺寸从100℃时的264.34 nm增大到200℃时的384.97 nm和300℃时的596.35 nm,表面粗糙度 R_q 从100℃时的34.7 nm增长到200℃时的58.9 nm和300℃时的95.1 nm。结果表明,随着基底温度的升高表面粗糙度迅速增大,铝膜的表面质量严重退化。

关键词:中阶梯光栅;厚铝膜;基底温度

中图分类号: O484; TB43 **文献标识码:** A **doi:**10.3788/CO.20160906.0656

Influence of substrate temperature on the quality of thick Al films of echelle grating

SUN Meng-zhi^{1,2,3}, GAO Jin-song^{1,2*}, LI Zi-zheng^{1,2,3}, YANG Hai-gui^{1,2}, WANG Xiao-yi^{1,2}

- (1. Changchun Institute of Optics, Fine Mechanics and Physics, Chinese Academy of Sciences, Changchun 130033, China
 2. Key Laboratory of Optical System Advanced Manufacturing Technology, Changchun 130033, China;
 3. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)
- * Corresponding author, E-mail: gaojs@ciomp.ac.cn

Abstract: Large-size echelle grating has extremely high spectral resolution due to its large aperture and high

收稿日期:2016-06-01;修订日期:2016-08-12

基金项目:国家重大科研装备研制基金资助项目(No. ZBY2008-1);国家自然科学基金资助项目(No. 61306125, No. U1435210);吉林省科技发展计划资助项目(No. Y3453UM130);吉林省留学人员科技创新创业资助项目(No. Y3293UM130)

Supported by National Key Scientific and Research Equipment Development Foundation of China(No. ZBY2008-1); National Natural Science Foundation of China(No. 61306125, No. U1435210); Jilin Provincial S&T Development Project of China (No. Y3453UM130); Jilin Provincial S&T Innovation Project of China (No. Y3293UM130)

diffractive order. Generally, echelle grating ruling is performed on a thick Al film. Consequently, the preparation of high-quality large-area thick Al films becomes one of the most important factors to realize a high-performance large-size echelle grating. In the thick Al films deposition process, substrate temperature is the most important technological parameter. In this paper, the thick Al films samples are prepared at different temperatures by electron-beam evaporation technique. Then, the influence of substrate temperature on the Al films quality are analyzed by means of an atomic force microscope and scanning electron microscope. It is found that the average grain size and surface roughness increase rapidly from 264.34 nm, 34.7 nm at 100 °C to 384.97 nm, 58.9 nm at 200 °C and 596.35 nm, 95.1 nm at 300 °C. Experimental results show that with an increased substrate temperature, grain size and surface roughness increase sharply and the surface quality of thick Al films degrades seriously.

Key words: echelle grating; thick Al films; substrate temperature

1 引言

1949年, Harrison发明了中阶梯光栅^[1]。大尺寸中阶梯光栅具有孔径大、衍射级次高(具有可达 10^6 的极高光谱分辨本领^[2-3])、光谱范围宽和色散率高等优点,被广泛应用于光谱探测和场分析中^[4-9],并逐渐成为高功率激光器及天文观测等领域中关键光学器件^[10-11]。

大尺寸中阶梯光栅通常是利用金刚石刻刀在厚Al膜上刻划而成,使Al膜表面具有纳米级的周期性微观结构^[12-13]。因此,具有良好结构特性和光学特性的铝膜在中阶梯光栅的制备中起决定性作用。

为了保证长时间刻划过程中铝膜具有很强的塑性成形能力,人们采用电子束热蒸发工艺制备光栅铝膜刻划基底。尽管热蒸发镀铝工艺的历史可以追溯到一个多世纪以前^[14-15],但是人们对于大面积铝膜的研究主要集中在用于大型光学系统的铝反射镜^[16],其大尺寸铝反射膜的制备工艺已经非常成熟,铝膜的厚度基本控制在几百纳米^[17-19]。然而,对于我们所设计的大尺寸中阶梯光栅,其刻槽深度约为 $5\ \mu\text{m}$,根据光栅刻蚀经验,铝膜的厚度应为刻槽深度的 $2\sim 2.5$ 倍,即 $10\sim 15\ \mu\text{m}$ ^[3,13,20]。不同于传统反射镜铝膜,中阶梯光栅铝膜厚度的增加引发许多新问题和挑战:随着铝膜厚度的增加,镀膜难度显著增加并且镀膜精度难以控制,而持续累积的误差使得均匀性难以

控制,质量难以保证,从而会影响光栅的衍射性能;其次,铝膜的增厚使得内部缺陷增多,致密性变差,影响光栅槽形;另外,对于中阶梯光栅来说最重要的就是利用平坦的铝膜表面,随着铝膜厚度的增加,表面粗糙度快速上升,衍射效率降低。而且制备大面积中阶梯光栅的刻划过程,一般需要光栅刻划机在厚铝膜上行走几十千米以上,若铝膜过软,则不易在厚铝膜上成槽,影响中阶梯光栅槽型,导致额外的杂散光,影响衍射效率;若铝膜过硬,则长距离刻划可能损坏光栅刻划机的刀具,使光栅刻划无法完成。然而,对于大多数沉积技术,薄膜前表面是粗糙不平坦的^[20]。在厚铝膜的制备工艺中,基底温度是重要工艺参数,基底温度的变化会直接影响铝膜的内部结构和表面质量。

因此,本文通过电子束热蒸发镀铝工艺在不同基底温度下制备了厚铝膜样品,并从金属薄膜生长动力学出发,利用原子力显微镜、扫描电镜等手段在宏观和微观尺度分析了基底温度对铝膜质量的影响。

2 实验

为了保证所镀铝膜具有大面积的均匀性,本实验采用腔体直径为 $1.8\ \text{m}$ 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Telemark II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

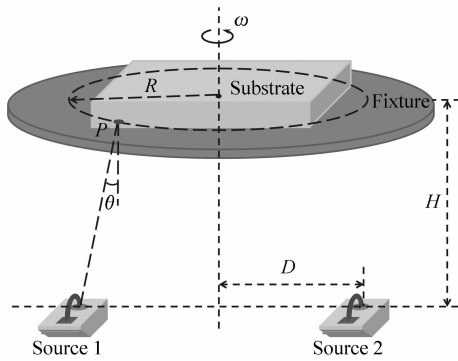


图1 电子束热蒸发系统结构示意图

Fig. 1 Schematic structure diagram of electron beam evaporation system

的均匀性并有利于镀膜工艺参数的调节。图1为镀膜系统的结构示意图。在厚铝膜沉积系统中,系统中心与蒸发源之间的距离为 D , $D=500$ mm。 R_p 为P点的半径, ω 为夹具旋转速度, θ 是P点的沉积角度。在镀膜过程中保持 70 \AA/s 的沉积速率不变。在夹具盘中心放置 $520 \text{ mm} \times 420 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}$ 的微晶玻璃,作为沉积铝膜的基底。实验过程中对基底采用烘烤方式加热,并在每次镀膜实验过程中保持2 h以上的前烘时间,以确保夹具盘和基底材料的温度稳定并分布均匀。夹具的旋转速度 ω 控制在 10 r/min ,确保在镀膜过程中膜厚在圆周方向分布均匀。夹具高度 H 为 1050 mm ,经试验分析,在此高度下,直径 700 nm 、 $12 \text{ }\mu\text{m}$ 厚铝膜的膜厚均匀性达到 $\pm 1\%$,能够满足大尺寸中阶梯光栅的刻划要求。

本实验利用CAEP公司NANOMAP500LS型台阶仪来测量铝膜的厚度,利用JEOL公司JSM-6510型扫描电子显微镜、ZYGO公司7200型白光干涉仪、Agilent公司Nano Indenter G200型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 结果与讨论

由图1可以看出,大尺寸微晶玻璃基底和铝合金夹具盘在长时间的镀膜过程中会使基底温度的变化非常复杂,所以基底温度对镀铝质量的影响需要进一步研究。在之前的工作中,我们已

经详细讨论了铝膜大面积的均匀性和铝膜径向质量分布问题^[13,21]。我们发现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。此外,通过对比不同蒸发速率下铝膜内部扫描电镜图^[13],可以看出,蒸发速率较低时,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,但是当速率过高时,铝膜内部反而产生孔洞,我们认为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。但需要通过实验进一步验证。

为了研究基底温度对铝膜质量的影响,通过烘烤装置加热基底,在不同基底温度 100 、 200 、 $300 \text{ }^\circ\text{C}$ 情况下,镀制了厚度为 $8 \text{ }\mu\text{m}$ 铝膜。沉积速率控制在 70 \AA/s 。图2展示了不同基底温度沉积

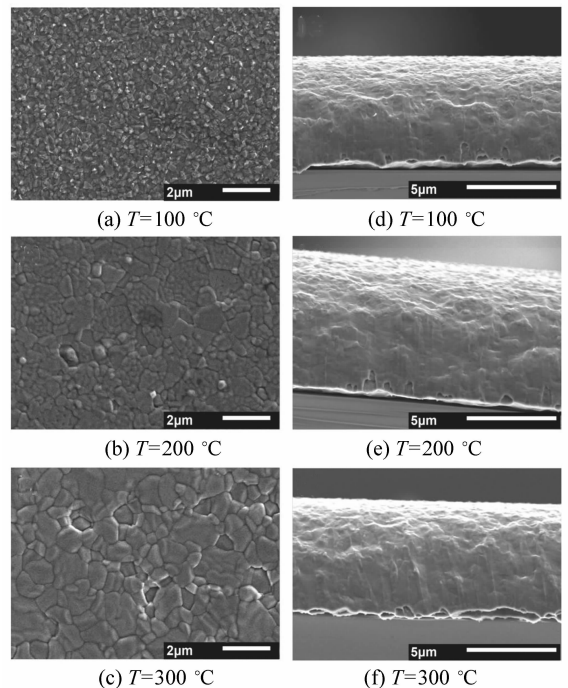


图2 不同基底温度沉积的铝膜表面和截面SEM图

Fig. 2 Top-down and cross-sectional SEM images of Al films at different substrate temperatures

的铝膜表面和截面SEM图。从图2(a)~2(c)铝膜表面SEM照片中可以看出随着基底温度的升高,铝膜的晶粒尺寸明显变大,说明不同基底温度沉积的铝膜表面质量,即表面粗糙度截然不同。

从图 2(d) ~ 2(f) 铝膜截面 SEM 照片中可以看出不同基底温度对铝膜内部质量影响不大,对比之前我们对沉积速率的研究^[10],在相同沉积速率下不同铝膜内部都很致密,而在室温情况下不同沉积速率沉积的铝膜质量差异十分明显。这说明基底温度对于铝膜内部致密度的影响要远小于沉积速率。

从图 2 可以看出,基底温度升高会导致铝膜晶粒尺寸明显增大。为了得到准确的晶粒尺寸变

化情况,我们测量了不同基底温度沉积铝膜的表面 AFM 图片,如图 3 所示。平均晶粒尺寸和表面粗糙度可以通过 Agilent 公司的 NanoScope Analysis 分析软件在 AFM 图像中直接提取。测得的铝膜平均晶粒尺寸从 100 °C 时的 264.34 nm 增大到 200 °C 时的 384.97 nm 和 300 °C 时的 596.35 nm,如图 4 所示。晶粒尺寸对基底温度的依赖关系如图 4 中拟合曲线所示。

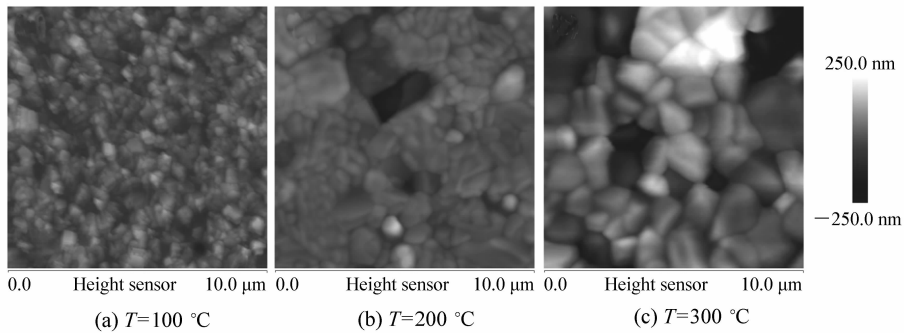


图 3 不同基底温度沉积的铝膜表面 AFM 图

Fig. 3 AFM images of Al film surfaces at different substrate temperatures

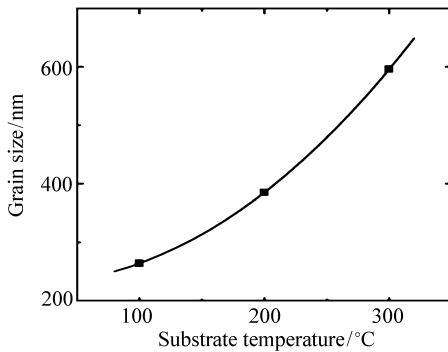


图 4 铝膜晶粒尺寸随基底温度的变化

Fig. 4 Dependence of Al film grain size on the substrate temperature

薄膜动态生长是蒸镀材料的随机沉积过程^[22]。根据 Van der Drift 模型^[23-24],在沉积初始阶段,随机定向的原子核将在基底表面形成,随后进入纳米晶体结构的生长阶段,最后,拥有更高的垂直生长率的晶体有更高的存活几率,同时在生长过程中小颗粒会聚集形成大颗粒。结果,越来越多的大颗粒(如图 3(a) ~ 3(c) 所示)随厚度的

增长而形成,导致了一个更粗糙的表面。图 5 给出了从 AFM 图像中直接得到的表面粗糙度 R_q 随基底温度变化的情况。 R_q 从 100 °C 时的 34.7 nm 增长到 200 °C 时的 58.9 nm 和 300 °C 时的 95.1 nm,可以看出随着基底温度的增大表面粗糙

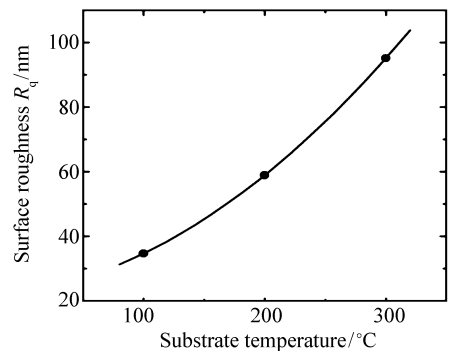


图 5 铝膜表面粗糙度 R_q 随基底温度的变化

Fig. 5 Dependence of Al film surface roughness R_q on the substrate temperature

度迅速增大,铝膜的表面质量严重退化。因此,铝膜表面粗糙度是薄膜的固有属性,主要取决于晶

粒尺寸,并随基底温度升高迅速增大。

基底温度对铝膜表面粗糙度的影响主要源于铝膜沉积过程中影响铝膜表面形态的几个过程,包括阴影效应及重发射效应、表面扩散、体扩散和升华能^[25-29]。阴影效应可以产生于斜入射原子优先沉积在表面小丘上,导致一个长期的几何效应,甚至可以产生垂直角度沉积过程;重发射效应指不粘黏的原子从小丘上弹出并沉积在膜层表面的凹陷处。由于它们长期的非局部性,阴影效应(粗化表面)和重发射效应(平滑化表面)显现出比局部效应(如表面扩散)对膜层表面粗糙度的影响更具决定性。表面扩散是指由于膜层表面不均匀,存在梯度变化,原子沿膜层表面方向移动的过程。体扩散指原子在点阵内(不是沿晶界、表面或其他缺陷区)的热运动引起的扩散。升华能是蒸镀材料由固态转化为气态所需的能量。在铝膜沉积过程中,上述几种过程都与沉积温度强烈相关。阴影效应、重发射效应和表面扩散可以根

据膜层表面粗糙度特性,通过建立模型来进行量化。随着基底温度的提高,阴影效应、重发射效应和表面扩散会更起到主导作用,并最终粗化铝膜表面。

4 结 论

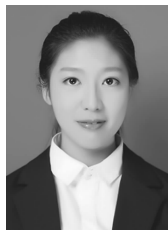
本文研究了基底温度对铝膜质量的影响。在不同基底温度和相同沉积速率情况下,制备了相同厚度的厚铝膜。由于铝长时间持续的生长和大量大尺寸晶粒在高沉积温度下急速形成,导致了更高的铝膜表面粗糙度。铝膜晶粒尺寸从100℃时的264.34 nm增大到200℃时的384.97 nm和300℃时的596.35 nm,表面粗糙度 R_q 从100℃时的34.7 nm增长到200℃时的58.9 nm和300℃时的95.1 nm,研究结果为制备高质量大尺寸中阶梯光栅提供了参考。

参考文献:

- [1] HARRISON G R. The production of diffraction gratings; II. the design of echelle gratings and spectrographs[J]. *J. Optical Society of America*, 1949, 39(7): 522-528.
- [2] SONG J, CHEN L, LI B. A fast simulation method of silicon nanophotonic echelle gratings and its applications in the design of on-chip spectrometers[J]. *Progress In Electromagnetics Research*, 2013, 141: 369-382.
- [3] BACH K G, BACH Jr B W. Large-ruled monolithic echelle gratings[J]. *SPIE*, 2000, 4014: 118-124.
- [4] 张方程, 于海利, 周敬莹. 大尺寸中阶梯光栅铝膜均匀性研究[J]. 长春工业大学学报: 自然科学版, 2013, 34(2): 195-199.
ZHANG F CH, YU H L, ZHOU J X. Uniformity of large size echelle grating substrate film[J]. *J. Changchun University of Technology (Natural Science Edition)*, 2013, 34(2): 195-199. (in Chinese)
- [5] ENGMAN S, LINDBLOM P. Blaze characteristics of echelle gratings[J]. *Applied Optics*, 1982, 21(23): 4356-4362.
- [6] LINDBLOM P. Echelle gratings acting as one[J]. *Applied Optics*, 2003, 42(22): 4549-4559.
- [7] 朱文煜, 陈少杰, 撤芄芄, 等. 分波段式中阶梯光栅原子发射光谱仪[J]. 光学精密工程, 2014, 22(4): 870-876.
ZHU W Y, CHEN SH J, HAN P P, *et al.*. Echelle-emission spectrometer with divided spectral coverage[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2014, 22(4): 870-876. (in Chinese)
- [8] 唐玉国, 宋楠, 巴音, 等. 中阶梯光栅光谱仪的光学设计[J]. 光学精密工程, 2010, 18(9): 1989.
TANG Y G, SONG N, BA Y, *et al.*. Optical design of cross-dispersed spectrograph[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2010, 18(9): 1989. (in Chinese)
- [9] 唐玉国, 陈少杰, 巴音, 等. 中阶梯光栅光谱仪的谱图还原与波长标定[J]. 光学精密工程, 2010, 18(10): 2130-2135.
TANG Y G, CHEN SH J, BA Y, *et al.*. Spectral reducing of cross-dispersed echelle spectrograph and its wavelength calibration[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2010, 18(10): 2130-2135. (in Chinese)
- [10] BAMARD T W, CROCKETT M I, IVALDI J C, *et al.*. Design and evaluation of an echelle grating optical system for ICP-

- OES[J]. *Analytical Chemistry*,1993,65(9):1225-1230.
- [11] NEVEJANS D, NEEFS E, VAN RANSBEECK E, *et al.*. Compact high-resolution spaceborne echelle grating spectrometer with acousto-optical tunable filter based order sorting for the infrared domain from 2.2 to 4.3 μm [J]. *Applied Optics*, 2006,45(21):5191-5206.
- [12] HARRISON G R, THOMPSON S W, KAZUKONIS H, *et al.*. 750-mm ruling engine producing large gratings and echelles [J]. *JOSA*,1972,62(6):751-756.
- [13] 李资政, 杨海贵, 王笑夷, 等. 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[J]. *物理学报*, 2014, 63(15):157801-157801.
- LI Z ZH, YANG H G, WANG X Y, *et al.*. Investigations of high-quality aluminum film with large-area uniformity for large-size echelle grating[J]. *Acta Phys. Sin.*, 2014, 63(15):157801-157801. (in Chinese)
- [14] LEE H M, CHOI S Y, JUNG A. Direct deposition of highly conductive aluminum thin film on substrate by solution-dipping process[J]. *ACS Applied Materials Interfaces*, 2013, 5(11):4581-4585.
- [15] XIONG Y Q, LI X C, CHEN Q, *et al.*. Characteristics and properties of metal aluminum thin films prepared by electron cyclotron resonance plasma-assisted atomic layer deposition technology[J]. *Chinese Physics B*, 2012, 21(7):078105.
- [16] BRADFORD A P, HASS G, OSANTOWSKI J F, *et al.*. Preparation of mirror coatings for the vacuum ultraviolet in a 2-m evaporator[J]. *Applied Optics*, 1969, 8(6):1183-1189.
- [17] WILBRANDT S, STENZEL O, NAKAMURA H, *et al.*. Protected and enhanced aluminum mirrors for the VUV[J]. *Applied Optics*, 2014, 53(4):A125-A130.
- [18] YANG M, GATTO A, KAISER N. Highly reflecting aluminum-protected optical coatings for the vacuum-ultraviolet spectral range[J]. *Applied Optics*, 2006, 45(1):178-183.
- [19] SCH RMANN M, JOBST P J, YULIN S, *et al.*. Optical reflector coatings for astronomical applications from EUV to IR [J]. *SPIE*, 2012:8450:84502K-8.
- [20] LI Z Z, GAO J S, YANG H G, *et al.*. Roughness reduction of large-area high-quality thick Al films for echelle gratings by multi-step deposition method[J]. *Optics Express*, 2015, 23(18):23738-23747.
- [21] YANG H G, LI Z Z, WANG X Y, *et al.*. Radial-quality uniformity investigations of large-area thick Al films[J]. *Optical Engineering*, 2015, 54(4):045106-045106.
- [22] LAI Z W, SARMA S D. Kinetic growth with surface relaxation: Continuum versus atomistic models[J]. *Physical Review Letters*, 1991, 66(18):2348.
- [23] TU K N, GUSAK A M, SOBCHENKO I. Linear rate of grain growth in thin films during deposition[J]. *Physical Review B*, 2003, 67(24):245408.
- [24] SROLOVITZ D J, BATTALIE C C, LI X, *et al.*. Simulation of faceted film growth in two-dimensions: microstructure, morphology and texture[J]. *Acta Materialia*, 1999, 47(7):2269-2281.
- [25] ROBBIE K, SIT J C, BRETT M J. Advanced techniques for glancing angle deposition[J]. *J. Vacuum Science Technology B*, 1998, 16(3):1115-1122.
- [26] KARABACAK T. Thin-film growth dynamics with shadowing and re-emission effects[J]. *J. Nanophotonics*, 2011, 5(1):052501-052501-18.
- [27] CHANG J F, KUO H H, LEU I C, *et al.*. The effects of thickness and operation temperature on ZnO:Al thin film CO gas sensor[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2002, 84(2):258-264.
- [28] ONISHI T, IWAMURA E, TAKAGI K. Morphology of sputter deposited Al alloy films[J]. *Thin Solid Films*, 1999, 340(1):306-316.
- [29] HWANG S J, LEE J H, JEONG C O, *et al.*. Effect of film thickness and annealing temperature on hillock distributions in pure Al films[J]. *Scripta Materialia*, 2007, 56(1):17-20.

作者简介:



孙梦至(1991—),女,黑龙江哈尔滨人,硕士研究生,2013年于哈尔滨工业大学获得学士学位,主要从事光学功能薄膜方面的研究。E-mail: sunmengzhi@icloud.com



高劲松(1968—),男,吉林白城人,博士,研究员,1989年于浙江大学获得学士学位,2005年于中国科学院长春光学精密机械与物理研究所获得博士学位,主要从事光学薄膜与电磁功能薄膜等方面的研究。E-mail: gaojs@ciomp.ac.cn

《中国光学》征稿启事

《中国光学》为双月刊,A4开本;刊号:ISSN 2095-1531/CN 22-1400/04;国内外公开发行人,邮发代号:国内12-140,国外BM6782。

- | | |
|-----------------|----------------|
| ★ 荷兰 Scopus 数据库 | ★ 中国精品科技期刊 |
| ★ 美国《乌利希国际期刊指南》 | ★ 中国科技核心期刊 |
| ★ 美国《化学文献》 | ★ 中国光学学会会刊 |
| ★ 波兰《哥白尼索引》 | ★ 中国科技论文与引文数据库 |
| ★ 俄罗斯《文摘杂志》 | ★ 中国期刊全文数据库 |
| | ★ 万方数字化期刊全文数据库 |
| | ★ 中国科技期刊数据库 |
| | ★ 中国光学期刊网数据库 |

主要栏目:微纳光学、信息光学、集成光电子、光谱学和光谱仪器、激光技术与应用、光学功能材料、光学设计与工艺、大气与空间光学、光学仪器与测试、综述、前沿动态、产业资讯、科普教学、实验室介绍、自然科学基金项目进展、前沿热点访谈、热点论文等。

发稿类型:学术价值显著、实验数据完整的原创性论文;研究前景广阔,具有实用、推广价值的技术报告;有创新意识,能够反映当前先进水平的阶段性研究简报;对当前学科领域的研究热点和前沿问题的专题报告;以及综合评述国内外光学技术研究现状、发展动态和未来发展趋势的综述性论文。

欢迎投稿、荐稿。

主管单位:中国科学院

主办单位:中国科学院长春光学精密机械与物理研究所

协办单位:激光与物质相互作用国家重点实验室

编辑出版:《中国光学》编辑部

投稿网址: <http://chineseoptics.net.cn>

邮件地址: chineseoptics@ciomp.ac.cn; zggxcn@126.com

联系电话:0431-86176852; 0431-84627061 传 真:0431-84627061

编辑部地址:长春市东南湖大路3888号(130033)