[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl[7]
C23C 14/32
C23C 14/06

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200310115963.8

[43] 公开日 2004 年 12 月 15 日

[11] 公开号 CN 1554801A

[22] 申请日 2003.12.19
[21] 申请号 200310115963.8
[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 高劲松 王笑夷
[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 3 页

[54] 发明名称 离子/等离子体辅助蒸发方法制备碳锗合金膜

[57] 摘要

本发明是用离子/等离子体辅助蒸发方法制备碳锗合金(Ge_xC_{1-x})膜。以高纯锗作为蒸发材料，以含碳气体或含碳气体和氩气的混合气作为放电气体引入离子/等离子体源，使蒸发的锗原子与电离的碳离子发生反应，在基片上形成碳锗合金(Ge_xC_{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(3～5μm)和长波红外(8～12μm)处低吸收的、粗糙度更小的碳锗合金(Ge_xC_{1-x})膜。

ISSN1008-4274

1、离子/等离子体辅助蒸发方法制备碳锗合金膜，将工件放置在真空室内工件架上，向真空室内通入气体，蒸发方式为电子束蒸发或热蒸发，其特征在于选择双面抛光的锗片作为基底；将含碳气体或含碳气体与氩气的混合气引入离子/等离子体源，离子/等离子源在 10^{-2}Pa 的低压下工作，使含碳气体充分电离，分解出大量正碳离子，在电磁场作用下加速并充入真空室内；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（Ge_xC_{1-x}）膜；通过调节气体流量和锗的蒸发速率，可以得到组分 x 不同的 Ge_xC_{1-x} 膜。

2、按照权利要求 1 所述的离子/等离子体辅助蒸发方法制备碳锗合金膜，其特征在于气体流量甲烷在 2~30sccm 范围内可调；氩气在 0~30sccm 范围内可调；锗的蒸发速率在 0.1~1.0nm/s 范围内变化。

离子/等离子体辅助蒸发方法制备碳锗合金膜

技术领域：本发明是离子/等离子体辅助蒸发方法制备碳锗合金（Ge_xC_{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。Ge_xC_{1-x} 是一种硬度适当，抗雨蚀性较好的红外用光学涂层。Ge_xC_{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（Ge_xC_{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 Ge_xC_{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 Ge_xC_{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 Ge_xC_{1-x} 膜有较大的光吸收。

至今尚未见到将离子/等离子体辅助蒸发技术应用于镀制碳锗合金（Ge_xC_{1-x}）膜的报道。

发明内容：

本发明的目的是为了克服上述两种镀膜方法存在的缺点，提供一种离子/等离子体辅助蒸发方法制备碳锗合金膜，

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或热蒸发，将含碳气体或含碳气体与氩气的混

合气引入离子/等离子体源，离子/等离子源在 10^{-2}Pa 的低压下工作，使含碳气体充分电离，分解出大量正碳离子，在电磁场作用下加速并充入真空室内；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（Ge_xC_{1-x}）膜；通过调节气体流量（甲烷为 2~30sccm，氩气为 0~30sccm）和锗的蒸发速率（0.1~1.0nm/s），可以得到组分 x 不同的 Ge_xC_{1-x} 膜。

本发明的有益效果：

本发明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 Ge_xC_{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 Ge_xC_{1-x} 膜有更小的粗糙度，膜层均匀、牢固、使用范围广；碳锗膜 Ge_xC_{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。

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，等离子体源为 Hall 源。当真空度抽至 1.0×10^{-3}Pa 时，向 Hall 源中通入甲烷和氩气的混合气，甲烷流量为 5sccm，氩气流量为 15sccm，充气后真空度为 1.8×10^{-2}Pa。调节 Hall 源的阴极和阳极电压使气体产生放电，并控制 Hall 源阳极电压为 180V，阳极电流为 3A，此时整个真空室内均处于等离子体状态。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（Ge_xC_{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，离子源为考夫曼源。当真空度抽至 1.0×10^{-3}Pa 时，向考夫曼源中通入氩气，流量为 10sccm，向真空室充入甲烷，甲烷流量为 5sccm，充气后真空度为 1.8×10^{-2}Pa。考夫曼源加速电压 250V，放电电流 300mA，控制锗的蒸发速率为 0.1nm/s。蒸发出的锗原

子以及甲烷分子在氩离子的撞击下被电离，其中一部分发生反应，在基底上沉积碳锗合金（Ge_xC_{1-x}）膜。

实施例 3：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，蒸发方式为热蒸发，等离子体源为 Hall 源。当真空度抽至 1.0×10^{-3}Pa 时，向 Hall 源中通入甲烷和氩气的混合气，甲烷流量为 15sccm，氩气流量为 25sccm，充气后真空度为 2.9×10^{-2}Pa。调节 Hall 源的阴极和阳极电压使气体产生放电，并控制 Hall 源阳极电压为 180V，阳极电流为 3A，此时整个真空室内均处于等离子体状态。控制锗的蒸发速率为 0.5nm/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（Ge_xC_{1-x}）膜。