(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109837517 A
(43)申请公布日 2019.06.04

(21)申请号 201910231923.0

(22)申请日 2019.03.26

(71)申请人 江苏北方湖光光电有限公司
地址 214000 江苏省无锡市梁溪区盛岸路25号

(72)发明人 唐乾隆 查家明 李斯成 陆丹枫 汶韬

(74)专利代理机构 无锡派尔特知识产权代理事务所(普通合伙) 32340
代理人 杨立秋

(51)Int.Cl.
C23C 14/35(2006.01)
C23C 14/18(2006.01)
C23C 14/06(2006.01)
C23C 14/10(2006.01)
C23C 14/08(2006.01)
G02B 5/08(2006.01)

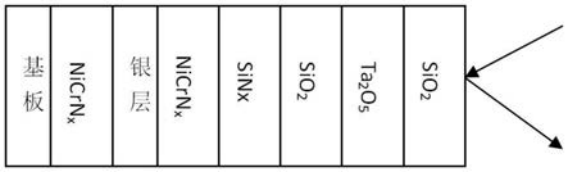
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法

(57)摘要

本发明公开一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法，属于光学薄膜技术领域。本发明的方法通过在基板与银膜之间加入“结合层”—$NiCrN_x$，镀后再溅射镀制Ag膜，Ag膜镀制后再溅射镀制“结合层”—$NiCrN_x$，然后再溅射镀制“防水层”—SiN_x，最后再溅射镀制可见波段的“增反层”。能够在450nm～750nm&1540nm范围内实现反射率≥95%、在7000nm～11000nm范围内实现反射率≥98%，且膜层表面质量、牢固性良好，能抗摩擦、湿热、盐雾等试验要求。



CN 109837517 A

1.一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

步骤一、预溅射靶材:Ag靶预溅射时间45～55s,Si靶预溅射时间300s～600s,直至无飞溅点子;

步骤二、溅射$NiCrN_x$膜层:阴极功率2kw、氩气45～50sccm、离子源功率3kw、氮气45～50sccm、沉积速率0.016nm/s、沉积时间30s;

步骤三、溅射Ag膜层:阴极功率3.5kw、氩气50～60sccm、离子源功率2kw、氮气30～40sccm、沉积速率0.5nm/s、沉积时间30s;

步骤四、溅射$NiCrN_x$膜层:阴极功率1.5kw、氩气45～50sccm、离子源功率3kw、氮气45～50sccm、溅射速率0.016nm/s、沉积时间12s,工件转速50rpm;

步骤五、溅射SiN_x膜层:阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氮气50～60sccm、沉积速率0.08nm/s、沉积时间56s;

步骤六、溅射SiO_2膜层:阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.14nm/s、沉积时间482s;

步骤七、溅射Ta_2O_5膜层:阴极功率3.8kw、氩气20～25sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.25nm/s、沉积时间172s;

步骤八、溅射SiO_2膜层:阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.14nm/s、沉积时间70s。

2.如权利要求1所述的基于磁控溅射的外反射银膜制备方法,其特征在于,在预溅射靶材之前,所述基于磁控溅射的外反射银膜制备方法还包括以下准备步骤:

清洁阴极靶材,依次装好所需靶材;

在洗净的夹具边缘贴绝缘高温胶带;

将洗净的待镀基板放入处理好的夹具,置于镀膜机的零件盘内,压紧真空室门开始抽真空。

3.如权利要求2所述的基于磁控溅射的外反射银膜制备方法,其特征在于,所述依次装好所需靶材具体为:依次装好1号靶材为NiCr靶、2号靶材为Ag靶、3号靶材为Si靶、4号靶材为Ta靶。

4.如权利要求2所述的基于磁控溅射的外反射银膜制备方法,其特征在于,抽真空至背景真空度$P \leq 3.0 \times 10^{-6}$torr。

5.如权利要求1所述的基于磁控溅射的外反射银膜制备方法,其特征在于,在所述步骤八完成后10分钟取件。

一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及光学薄膜技术领域，特别涉及一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法。

背景技术

[0002] 外反射银膜是一种在光学玻璃的表面，通过真空镀膜镀一层金属银薄膜，并在银膜底层镀制“粘结层”和在银膜外面镀制“阻挡层”而形成的一种外反射镜，使入射光反射的光学元件。通过特殊的工艺方法，增强外反射银膜的耐久性。采用高反射比的反射镜可使激光器的输出功率成倍提高，而采用镀膜膜面反射镜，得到的图象不仅亮度高，而且精确无偏差，画质更清晰，色彩更逼真。外反射银膜广泛成为光学高保真扫描反射成像之首选。

[0003] 外反射银膜需要满足外两个要求：1)多波段高反射率，即在多个波段范围内外反射银膜具有尽可能高的反射率；2)长使用寿命，即在不同环境使用条件下的耐久性。如何制备光学性能优良、环境稳定性好、使用寿命长的外反射银膜一直是镀膜的技术挑战，其核心难点是基板与银层间的结合层和表面保护层的材料选择和镀膜工艺优化。

[0004] 用于前表面反射的银反射膜，目前常用的方法有：

[0005] ⑴真空蒸镀方法镀制。比较流行的方法有二，一是G/Al_2O_3-Ag-Al_2O_3-SiO_2/Air膜系，Al_2O_3在250℃～300℃镀制，Ag在50℃镀制，Al_2O_3-SiO_2均在250℃～300℃镀制；二是G/Cr-Ag-Al_2O_3-Y_2O_3-TiO_2-SiO_2/Air膜系，Cr-Ag均在＜50℃镀制，Al_2O_3-Y_2O_3-TiO_2-SiO_2均在250℃～300℃镀制。用真空镀银方法得到的银膜，450nm～1500nm&7500nm～11000nm的反射率可到92％～95％。但是上述两种膜系镀Ag均在＜50℃镀制，其银膜外面保护层均需在250℃～300℃镀制，都需要进行烘烤到250℃～300℃镀制，工艺时间较长，工艺细节掌握不好易造成镜面呈黄色，导致反射率降低；在镀制完毕需要在真空中高温退火2小时以上，再在真空室中冷至室温才取件，整个工艺流程所需时间达到24小时，生产效率较低；

[0006] ⑵化学方法镀制。用化学还原的方法镀制，工艺比较简单，成本低。在可见光谱区反射率约为90％。化学镀银的方法还原的银膜比较薄，时间长了表面容易产生黑点；所用的溶液都是有害的，对环境产生污染；生成的银膜反射率比真空镀制的银膜低。

发明内容

[0007] 本发明的目的在于提供一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法，以解决背景技术中出现的问题。

[0008] 为解决上述技术问题，本发明提供一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法，包括如下步骤：

[0009] 步骤一、预溅射靶材：Ag靶预溅射时间45～55s，Si靶预溅射时间300s～600s，直至无飞溅点子；

[0010] 步骤二、溅射$NiCrN_x$膜层：阴极功率2kw、氩气45～50sccm、离子源功率3kw、氮气45～50sccm、沉积速率0.016nm/s、沉积时间30s；

[0011] 步骤三、溅射Ag膜层:阴极功率3.5kw、氩气50～60sccm、离子源功率2kw、氮气30～40sccm、沉积速率0.5nm/s、沉积时间30s;

[0012] 步骤四、溅射$NiCrN_x$膜层:阴极功率1.5kw、氩气45～50sccm、离子源功率3kw、氮气45～50sccm、溅射速率0.016nm/s、沉积时间12s,工件转速50rpm;

[0013] 步骤五、溅射SiN_x膜层:阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氮气50～60sccm、沉积速率0.08nm/s、沉积时间56s;

[0014] 步骤六、溅射SiO_2膜层:阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.14nm/s、沉积时间482s;

[0015] 步骤七、溅射Ta_2O_5膜层:阴极功率3.8kw、氩气20～25sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.25nm/s、沉积时间172s;

[0016] 步骤八、溅射SiO_2膜层:阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.14nm/s、沉积时间70s。

[0017] 可选的,在预溅射靶材之前,所述基于磁控溅射的外反射银膜制备方法还包括以下准备步骤:

[0018] 清洁阴极靶材,依次装好所需靶材;

[0019] 在洗净的夹具边缘贴绝缘高温胶带;

[0020] 将洗净的待镀基板放入处理好的夹具,置于镀膜机的零件盘内,压紧真空室门开始抽真空。

[0021] 可选的,所述依次装好所需靶材具体为:依次装好1号靶材为NiCr靶、2号靶材为Ag靶、3号靶材为Si靶、4号靶材为Ta靶。

[0022] 可选的,抽真空至背景真空度$P \leqslant 3.0 \times 10^{-6}$torr。

[0023] 可选的,在所述步骤八完成后10分钟取件。

[0024] 在本发明中提供了一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法,在基板与银膜之间加入“结合层”—$NiCrN_x$,镀后再溅射镀制Ag膜,Ag膜镀制后再溅射镀制“结合层”—$NiCrN_x$,然后再溅射镀制“防水层”—SiN_x,最后再溅射镀制可见波段的“增反层”。能够在450nm～750nm&1540nm范围内实现反射率≥95%、在7000nm～11000nm范围内实现反射率≥98%,且膜层表面质量、牢固性良好,能抗摩擦、湿热、盐雾等试验要求。

附图说明

[0025] 图1是本发明制备方法制备出的外反射银膜的结构示意图;

[0026] 图2是外反银膜在可见、近红外区的实测光谱示意图;

[0027] 图3是外反银膜在红外区的实测光谱示意图。

具体实施方式

[0028] 以下结合附图和具体实施例对本发明提出的一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法作进一步详细说明。根据下面说明和权利要求书,本发明的优点和特征将更清楚。需说明的是,附图均采用非常简化的形式且均使用非精准的比例,仅用以方便、明晰地辅助说明本发明实施例的目的。

[0029] 实施例一

[0030] 本发明提供了一种基于磁控溅射的外反射银膜制备方法，包括如下步骤：

[0031] 首先，清洁阴极靶材，依次装好所需靶材；其中所需靶材按顺序为1号靶材为NiCr靶、2号靶材为Ag靶、3号靶材为Si靶、4号靶材为Ta靶。

[0032] 在洗净的夹具边缘贴绝缘高温胶带；

[0033] 将洗净的待镀基板放入处理好的夹具，置于镀膜机的零件盘内，压紧真空室门开始抽真空，抽真空至背景真空度$P \leq 3.0 \times 10^{-6}$torr。

[0034] 前期准备工作完成后，开始预溅射靶材：Ag靶预溅射时间45～55s，Si靶预溅射时间300s～600s，直至无飞溅点子；优选的Ag靶预溅射时间50s。

[0035] 溅射$NiCrN_x$膜层：阴极功率2kw、氩气45～50sccm、离子源功率3kw、氮气45～50sccm、沉积速率0.016nm/s、沉积时间30s；

[0036] 溅射Ag膜层：阴极功率3.5kw、氩气50～60sccm、离子源功率2kw、氮气30～40sccm、沉积速率0.5nm/s、沉积时间30s；

[0037] 溅射$NiCrN_x$膜层：阴极功率1.5kw、氩气45～50sccm、离子源功率3kw、氮气45～50sccm、溅射速率0.016nm/s、沉积时间12s，工件转速50rpm；

[0038] 溅射SiN_x膜层：阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氮气50～60sccm、沉积速率0.08nm/s、沉积时间56s；

[0039] 溅射SiO_2膜层：阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.14nm/s、沉积时间482s；

[0040] 溅射Ta_2O_5膜层：阴极功率3.8kw、氩气20～25sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.25nm/s、沉积时间172s；

[0041] 溅射SiO_2膜层：阴极功率3.5kw、氩气60～70sccm、离子源功率4kw、氧气50～60sccm、沉积速率0.14nm/s、沉积时间70s。

[0042] 在上述步骤全部完成后10分钟取件，形成如图1所示结构。

[0043] 在金属银膜中，由于银膜内有自由电子，自由电子并没有被原子核束缚，当光传播至银膜表面时，在其电场作用下自由电子会做受迫振动，然后产生与入射光相同频率的振荡，此振荡又放出与原来光线相同频率的光，这就是金属银膜反射的原理。

[0044] 金属膜的复数折射率可以用下式表示：

[0045] $N=n'-ik$

[0046] N为金属膜的复数折射率；n′为吸收材料的折射率；k为吸收系数或称消光系数，ik项表示光在吸收材料中的能量损失。

[0047] 金属膜的反射率与它的复折射率有关，光线从空气中垂直入射时，同样可用非涅尔公式表示：$R=\left[\frac{n_0-(n'-ik)}{n_0+(n'-ik)}\right]^2$

[0048] 如果在金属膜上镀以折射率为n_1和n_2的两层λ/4厚的介质膜，并n2紧贴金属膜，那么光学导纳为$\left(\frac{n_1}{n_2}\right)^2(n'-ik)$，则在空气中垂直入射时，其反射率R为：

[0049] $$R=\left|\frac{1-(n_1/n_2)^2(n'-ik)}{1+(n_1/n_2)^2(n'-ik)}\right|^2=\frac{\left[1-(n_1/n_2)^2n'\right]^2+(n_1/n_2)^4k^2}{\left[1+(n_1/n_2)^2n'\right]^2+(n_1/n_2)^4k^2}$$

[0050] 本发明摒弃常规银膜设计中运用底层匹配层技术及与银膜之间的粘结层技术，直接在基板与银膜之间加入“结合层”—$NiCrN_x$，镀后再溅射镀制Ag膜，Ag膜镀制后再溅射镀制“结合层”—$NiCrN_x$，然后再溅射镀制“防水层”—SiN_x，最后再溅射镀制可见波段的“增反层”；溅射过程中充入N_2/O_2运用RF离子源进行氮化或氧化，在玻璃基片上完成整个膜的系镀制。能够在450nm～750nm&1540nm范围内实现反射率≥95％，如图2所示；在7000nm～11000nm范围内实现反射率≥98％，如图2所示；且膜层表面质量、牢固性良好，能抗摩擦、湿热、盐雾等试验要求。

[0051] 上述描述仅是对本发明较佳实施例的描述，并非对本发明范围的任何限定，本发明领域的普通技术人员根据上述揭示内容做的任何变更、修饰，均属于权利要求书的保护范围。

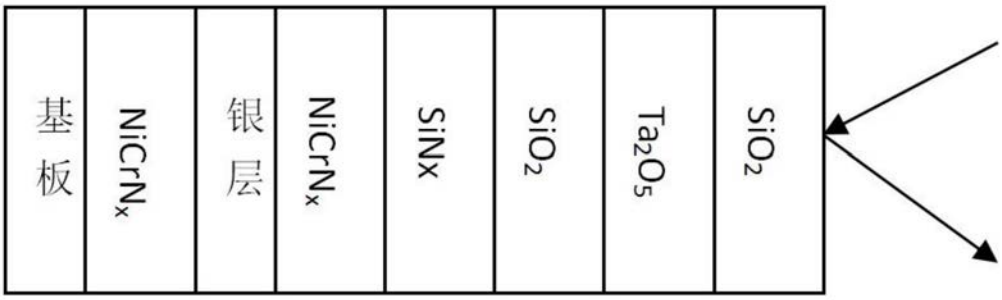

基板
NiCrNx
银层
NiCrNx
SiNx
SiO2
Ta2O5
SiO2

图1

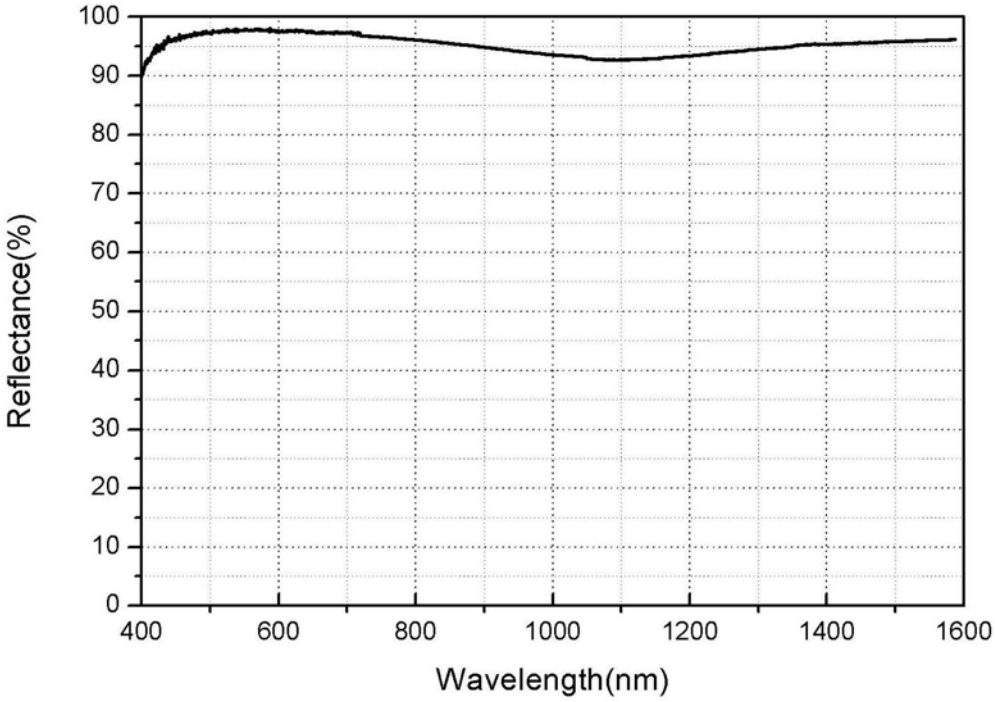

Reflectance(%)
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
400
600
800
1000
1200
1400
1600
Wavelength(nm)

图2

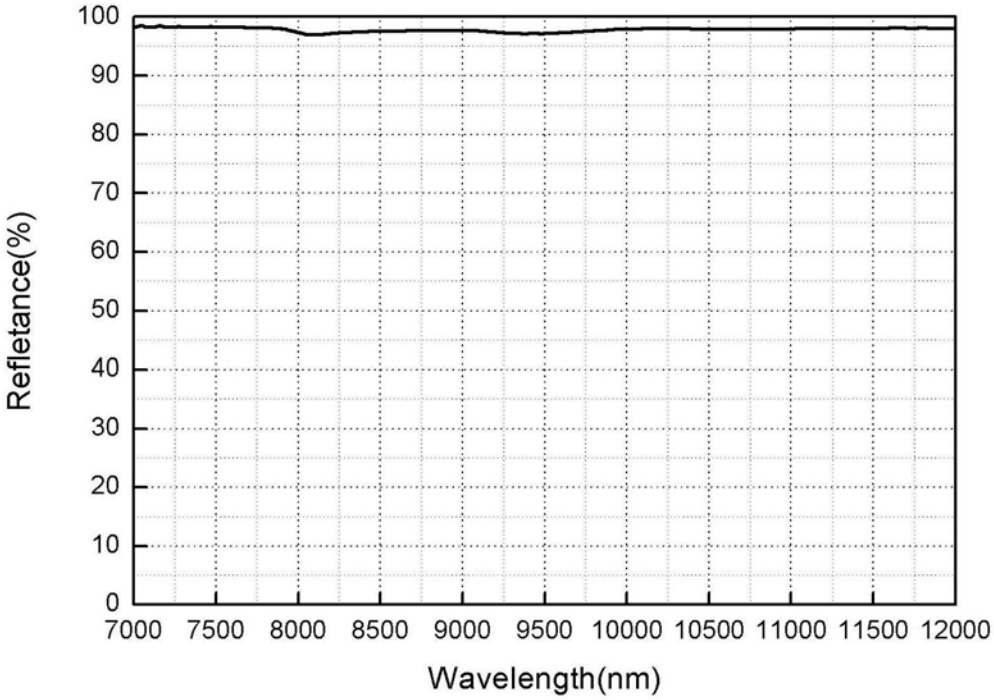

Refletance(%)
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000
10500
11000
11500
12000
Wavelength(nm)

图3