



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111621756 B

(45) 授权公告日 2021.12.24

(21) 申请号 202010227914.7

G23C 14/02 (2006.01)

(22) 申请日 2020.03.27

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 102409293 A, 2012.04.11

申请公布号 CN 111621756 A

CN 104272429 A, 2015.01.07

(43) 申请公布日 2020.09.04

陈彩洪. 直流反应溅射制备氧化铝薄膜及其迟滞现象研究.《中国优秀硕士学位论文全文数据库(电子期刊)》.2015,(第05期),

(73) 专利权人 中国科学院力学研究所

王启民等. 高功率脉冲磁控溅射技术沉积硬质涂层研究进展.《广东工业大学学报》.2013,第30卷(第4期),

地址 100190 北京市海淀区北四环西路15号

(72) 发明人 夏原 高方圆 李光

审查员 汤庆新

(74) 专利代理机构 北京和信华成知识产权代理事务所(普通合伙) 11390

代理人 胡剑辉

(51) Int. Cl.

G23C 14/35 (2006.01)

G23C 14/08 (2006.01)

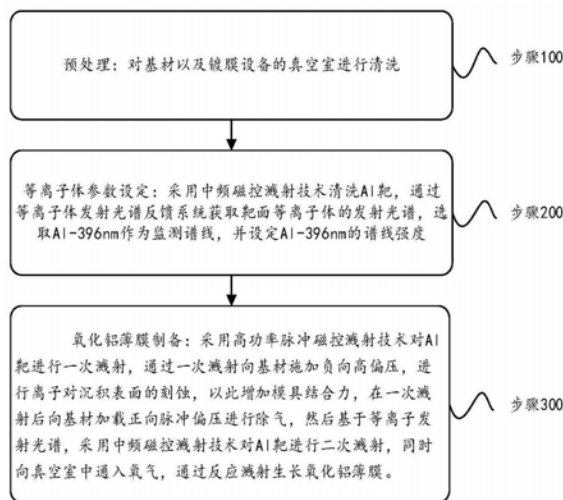
权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法

(57) 摘要

本发明实施例涉及一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法,解决了现有制备技术中面临的沉积温度高,过程难控制以及成本昂贵等问题,保障了工业化生产过程中的工艺稳定性和可重复性。同时,柔性晶态薄膜在力学和宽波段光学透过性能方面表现出很大的优势,可以更好地用于表面防护涂层及红外窗口透明保护膜等,带来巨大的经济和社会效益。



1. 一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法,其特征在于,包括:

步骤100、预处理:对基材以及镀膜设备的真空室进行清洗;

所述步骤100包括:

步骤101、基材清洗:将柔性衬底进行去除表面油垢、污垢,然后依次在去离子水、无水乙醇、去离子水中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备的真空室中;

步骤102、气路清洗:将真空室气压抽至 1.0×10^{-3} Pa以下,将氩气和氧气通入真空室,进行气路清洗;

步骤103、离子源轰击清洗:关闭阴极靶前挡板,开启离子源挡板,向真空室内通入高纯氩气,采用离子源气体辉光放电清洗15~60min;其中,设定电源功率为5~6kW,电流3~8A;设定氩气流量为200~350sccm,使真空室内气压升至3~10Pa,基体脉冲偏压为-700~-1000V,频率为10~100Hz;关闭离子源挡板;

步骤200、等离子体参数设定:采用中频磁控溅射技术清洗Al靶,通过等离子体发射光谱反馈系统获取靶面等离子体的发射光谱,选取Al-396nm作为监测谱线,并设定所述Al-396nm的谱线强度;

所述步骤200包括:

步骤201、靶清洗:向所述真空室内通入高纯氩气,设定氩气流量为60-250sccm,以使所述真空室内的气压升至0.5-3Pa,采用中频磁控溅射技术溅射清洗所述Al靶15-40min,其中,设定靶电流为3-8A,占空比为10-80%,基体脉冲偏压为-600~-900V,频率为10~100Hz;

步骤202、谱线强度标定:开启等离子体发射光谱反馈控制系统,获取靶面等离子体的发射光谱,选取Al谱线396nm处;其中,设定氩气流量为60~200sccm,使真空室内气压为0.5~2Pa;基体脉冲偏压为-40~-150V,频率为10~100Hz;标定Al谱线396nm的谱线强度为极大,关闭溅射电源,标定Al谱线396nm的谱线强度为极小;

步骤203、谱线强度设定:设定Al-396nm处谱线强度为5%~95%之间的任意值,开启氧气通路,气体流量计根据实时的等离子体参数对通入量进行动态调节,直至谱线强度稳定在预设值;

步骤300、氧化铝薄膜制备:采用高功率脉冲磁控溅射技术对所述Al靶进行一次溅射,通过一次溅射向所述基材施加负向高偏压,进行离子对沉积表面的刻蚀,以此增加模具结合力,在一次溅射后向所述基材加载正向脉冲偏压进行除气,然后基于等离子体发射光谱,采用中频磁控溅射技术对所述Al靶进行二次溅射,同时向所述真空室中通入氧气,通过反应溅射生长氧化铝薄膜;

其中,在步骤300的氧化铝薄膜制备过程中,设定Ar气流量为60~200sccm,工作气压为0.5~2Pa;使用等离子体反馈控制系统,实时的动态调整氧气的通入量为0~20sccm,以保证真空环境下的成膜粒子含量处于5%~95%;

所述步骤300包括:

步骤S301、刻蚀:开启靶前挡板,使用高功率脉冲磁控溅射电源对Al靶持续溅射2~10min;其中,设定峰值功率密度1~2kW/cm²,频率为10~100Hz,脉冲长度为10~200μs,基体脉冲偏压为-800~-1000V,脉冲频率与高功率脉冲磁控溅射电源同步;

步骤S302、除气:关闭高功率脉冲磁控溅射电源,向基体加载正向脉冲偏压,电子轰击

除气处理1~10min;其中,正偏压设定为200~800V,脉冲频率为10~100Hz,重复步骤S301、步骤S302,直至此循环过程达到2次至10次;

步骤S303、沉积:使用中频磁控溅射电源对所述Al靶持续溅射20~90min;其中,设定靶电流为3~8A,占空比为10~80%;基体脉冲偏压为-40~-150V,频率为10~100Hz;镀层厚度为0.5~3 μ m。

2.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述方法还包括:步骤400、冷却和出炉:关闭靶电源,偏压电源以及等离子体反馈控制系统电源,关闭气路,将基材随炉冷却30min,得到所述晶态透明氧化铝薄膜。

一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法

技术领域

[0001] 本发明实施例涉及晶态薄膜材料制备领域,尤其涉及一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法。

背景技术

[0002] 氧化铝(Al_2O_3)薄膜是一种新型的Ⅲ-VI族宽禁带半导体功能材料,具有透光性、化学稳定性、绝缘性、耐高温和高硬度等优异的物理化学性能,因而在机械、光学、微电子、医学、化工等诸多领域有着广泛的应用。晶态氧化铝薄膜与非晶态相比,具有更加优良的力学性能和宽波段光学透过性能,可以更好地用于表面防护涂层及红外窗口透明保护膜等。

[0003] 氧化铝薄膜的制备有多种工艺手段,其中磁控溅射方法由于技术优点多,成品性能好,容易实现大规模工业化生产而显现出极大的优势。采用磁控溅射方法制得的氧化铝薄膜通常呈现非晶态,而为了获得晶态的氧化铝薄膜,一般需要在高于 $500^{\circ}C$ 的温度下采用适当的制备工艺进行沉积或者在沉积后进行高温热处理。工艺过程中的高温环境限制了基底材料的使用类型,而且由于基底材料和氧化铝薄膜热膨胀系数的不同以及它们在高温条件下发生的相变,导致了薄膜和基底界面处的应力增大,容易出现薄膜破裂或者脱落的现象。同时,大规模工业化生产也面临着沉积温度高,过程难控制以及成本昂贵等问题,严重制约了氧化铝薄膜作为多功能复合材料的应用范围。因此,如何在较低温度下制备晶态氧化铝薄膜成为目前研究的热点。

发明内容

[0004] 本发明实施例提供了一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法,解决了现有制备技术中面临的沉积温度高,过程难控制以及成本昂贵等问题。该方法包括:

[0005] 步骤100、预处理:对基材以及镀膜设备的真空室进行清洗;

[0006] 步骤200、等离子体参数设定:采用中频磁控溅射技术清洗A1靶,通过等离子体发射光谱反馈系统获取靶面等离子体的发射光谱,选取A1-396nm作为监测谱线,并设定所述A1-396nm的谱线强度;

[0007] 步骤300、氧化铝薄膜制备:采用高功率脉冲磁控溅射技术对所述A1靶进行一次溅射,通过一次溅射向所述基材施加负向高偏压,进行离子对沉积表面的刻蚀,以此增加模具结合力,在一次溅射后向所述基材加载正向脉冲偏压进行除气,然后基于等离子体发射光谱,采用中频磁控溅射技术对所述A1靶进行二次溅射,同时向所述真空室中通入氧气,反应溅射生长氧化铝薄膜。

[0008] 在一个可能的实施方式中,所述对基材以及镀膜设备的真空室进行预处理包括:

[0009] 步骤101、基材清洗:将柔性衬底进行去除表面油垢、污垢,然后依次在去离子水、无水乙醇、去离子水中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备的真空室中;

[0010] 步骤102、气路清洗:将真空室气压抽至 $1.0 \times 10^{-3} Pa$ 以下,将氩气和氧气通入真空室,进行气路清洗;

[0011] 步骤103、离子源轰击清洗:关闭阴极靶前挡板,开启离子源挡板,向真空室内通入高纯氩气,采用离子源气体辉光放电清洗15~60min;其中,设定电源功率为5~6kW,电流3~8A;设定氩气流量为200~350sccm,使真空室内气压升至3~10Pa,基体脉冲偏压为-700~-1000V,频率为10~100Hz;关闭离子源挡板。

[0012] 在一个可能的实施方式中,所述采用中频磁控溅射技术清洗A1靶,通过等离子体发射光谱反馈系统获取靶面等离子体的发射光谱,选取A1-396nm作为监测谱线,并设定所述A1-396nm的谱线强度,包括:

[0013] 步骤201、靶清洗:向所述真空室内通入高纯氩气,设定氩气流量为60-250sccm,以使所述真空室内的气压升至0.5-3Pa,采用中频磁控溅射技术溅射清洗所述A1靶15-40min,其中,设定靶电流为3-8A,占空比为10-80%,基体脉冲偏压为-600~-900V,频率为10~100Hz;

[0014] 步骤202、谱线强度标定:开启等离子体发射光谱反馈控制系统,获取靶面等离子体的发射光谱,选取A1谱线396nm处;其中,设定氩气流量为60~200sccm,使真空室内气压为0.5~2Pa;基体脉冲偏压为-40~-150V,频率为10~100Hz;标定A1谱线396nm的谱线强度为极大,关闭溅射电源,标定A1谱线396nm的谱线强度为极小;

[0015] 步骤203、谱线强度设定:设定A1-396nm处谱线强度为5%~95%之间的任意值,开启氧气通路,气体流量计根据实时的等离子体参数对通入量进行动态调节,直至谱线强度稳定在预设值。

[0016] 在一个可能的实施方式中,所述氧化铝薄膜制备:采用高功率脉冲磁控溅射技术对所述A1靶进行一次溅射,通过一次溅射向所述基材施加负向高偏压,进行离子对沉积表面的刻蚀,以此增加模具结合力,在一次溅射后向所述基材加载正向脉冲偏压进行除气,然后基于等离子发射光谱,采用中频磁控溅射技术对所述A1靶进行二次溅射,同时向所述真空室中通入氧气,通过反应溅射生长氧化铝薄膜,包括:

[0017] 步骤S301、刻蚀:开启靶前挡板,使用高功率脉冲磁控溅射电源对A1靶持续溅射2~10min;其中,设定峰值功率密度1~2kW/cm²,频率为10~100Hz,脉冲长度为10~200μs,基体脉冲偏压为-800~-1000V,脉冲频率与高功率脉冲磁控溅射电源同步,脉冲长度为10~200μs;

[0018] 步骤S302、除气:关闭高功率脉冲磁控溅射电源,向基体加载正向脉冲偏压,电子轰击除气处理1~10min;其中,正偏压设定为200~800V,脉冲频率为10~100Hz,重复步骤S301、步骤S302,直至此循环过程达到2次至10次;

[0019] 步骤S303、沉积:使用中频磁控溅射电源对所述A1靶持续溅射20~90min;其中,设定靶电流为3~8A,占空比为10~80%;基体脉冲偏压为-40~-150V,频率为10~100Hz;镀层厚度为0.5~3μm。

[0020] 在一个可能的实施方式中,所述方法还包括:

[0021] 步骤400、冷却和出炉:关闭靶电源,偏压电源以及等离子体反馈控制系统电源,关闭气路,将基材随炉冷却30min,得到所述晶态透明氧化铝薄膜。

[0022] 本发明实施例提供的一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法,解决了现有制备技术中面临的沉积温度高,过程难控制以及成本昂贵等问题,保障了工业化生产过程中的工艺稳定性和可重复性。同时,柔性晶态薄膜在力学和宽波段光学透过性能方面表现

出很大的优势,可以更好地用于表面防护涂层及红外窗口透明保护膜等,带来巨大的经济和社会效益。

附图说明

[0023] 为使本申请实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本申请实施例中的附图,对本申请实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本申请的一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本申请中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施例,都属于本申请保护的范围。

[0024] 图1为本申请实施例提供的一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法的流程图;

[0025] 图2为本申请实施例提供的反应溅射氧化铝的等离子体发射光谱;

[0026] 图3为本申请实施例提供的不同控制模式下靶电压随气体流量/粒子含量的变化规律;

[0027] 图4为本申请实施例提供的不同Al含量设定值下,室温制备氧化铝薄膜的相结构;

[0028] 图5为本申请实施例2中Al含量设定值为40%时,室温制备氧化铝薄膜的截面形貌图;

[0029] 图6为本申请实施例3中Al含量设定值为50%时,室温制备氧化铝薄膜的截面形貌图。

具体实施方式

[0030] 为使本发明实施例的目的、技术方案和优点更加清楚,下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方法进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例只是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动成果前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明的保护范围。

[0031] 需要说明,若本发明实施例中有涉及方向性指示(诸如上、下、左、右、前、后等),则该方向性指示仅用于解释在某一特定姿态下各部件之间的相对位置关系,运动情况等,如果该特定姿态发生改变时,则该方向性指示也相应地随之改变。

[0032] 实施例1,本实施例为一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法,包括以下步骤:

[0033] 步骤100、预处理:对基材以及镀膜设备的真空室进行清洗。该步骤具体包括:

[0034] 步骤S101、基材清洗:将柔性衬底进行去除表面油垢、污垢及杂质等的前处理;然后依次在去离子水、无水乙醇、去离子水中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备的真空室中。

[0035] 步骤S102、气路清洗:将真空室气压抽至 1.0×10^{-3} Pa以下,将氩气和氧气通入真空室,进行气路清洗。

[0036] 步骤S103、离子源轰击清洗:关闭阴极靶前挡板,开启离子源挡板。向真空室内通入高纯氩气,采用离子源气体辉光放电清洗15~60min。

[0037] 设定电源功率为5~6kW,电流3~8A;设定Ar气流量为200~350sccm,使真空室内

气压升至3~10Pa;基体脉冲偏压为-700~-1000V,频率为10~100Hz。关闭离子源挡板。

[0038] 步骤200、等离子体参数设定:采用中频磁控溅射技术清洗Al靶,通过等离子体发射光谱反馈系统获取靶面等离子体的发射光谱,选取Al-396nm作为监测谱线,并设定所述Al-396nm的谱线强度。

[0039] 该步骤具体包括:

[0040] 步骤S201、靶清洗:通入高纯氩气,设定氩气流量为60~250sccm,使真空室内气压升至0.5~3Pa;使用中频磁控溅射电源,开启Al靶,溅射清洗阴极靶材15~40min。

[0041] 设定靶电流为3~8A,占空比为10~80%;基体脉冲偏压为-600~-900V,频率为10~100Hz。

[0042] 步骤S202、谱线强度标定:开启等离子体发射光谱反馈控制系统,获取靶面等离子体的发射光谱,选取Al谱线396nm处。

[0043] 设定Ar气流量为60~200sccm,使真空室内气压为0.5~2Pa;基体脉冲偏压为-40~-150V,频率为10~100Hz;标定Al-396nm谱线强度为极大(100%);关闭溅射电源,标定Al-396nm谱线强度为极小(0%)。

[0044] 步骤S203、谱线强度设定:依据研究和制备需要,设定Al-396nm处谱线强度为5%~95%任意值;开启氧气通路,气体流量计根据实时的等离子体参数对通入量进行动态调节,直至谱线强度稳定在参数设定值,即可进行薄膜的制备;整个调整过程大致需要1~10min,氧气的通入量为0~20sccm。

[0045] 图2为采用高分辨光谱仪获得的反应溅射沉积氧化铝薄膜等离子体发射光谱。由图2可以清晰的看到多条Ar、Al以及O谱线,其中相对强的铝原子谱线为396nm,这是金属铝靶被溅射所产生的。有研究表明,在铝靶直流反应磁控溅射中,铝特定谱线强度是磁控靶溅射产额的单值函数。因此,在制备氧化铝薄膜时,选择396nm处作为Al粒子含量的监测谱线。

[0046] 在OES反馈控制模式下制备氧化铝薄膜,获得了随Al粒子含量(396nm)变化的溅射靶电压曲线,如图3所示。与传统控制模式对比发现,电压值的变化不再遵循反应溅射的典型迟滞效应特征,无法明确的区分溅射的金属区、过渡区和化合区(中毒区)。当Al含量降低(加载)到最低值后逐渐增加(卸载),溅射靶电压不再出现中毒引起的迟滞过程,而是沿加载曲线返回,因此可以认为,反馈控制解决了反应溅射的“靶中毒”问题,将原先发生在靶面的铝氧化合反应转移到了基底表面,大大提高了成膜粒子的可控性。

[0047] 步骤300、氧化铝薄膜制备:采用高功率脉冲磁控溅射技术对Al靶进行一次溅射,通过一次溅射向基材施加负向高偏压,进行离子对沉积表面的刻蚀,以此增加模具结合力,在一次溅射后向基材加载正向脉冲偏压进行除气,然后基于等离子发射光谱,采用中频磁控溅射技术对Al靶进行二次溅射,同时向真空室中通入氧气,通过反应溅射生长氧化铝薄膜。

[0048] 需要说明的是,制备过程中设定氩气流量为60~200sccm,工作气压为0.5~2Pa;使用等离子体反馈控制系统,实时的动态调整氧气的通入量(0~20sccm),以保证真空环境下的成膜粒子含量不变(5%~95%)。

[0049] 该步骤具体包括:

[0050] 步骤S301、刻蚀:开启靶前挡板,使用高功率脉冲磁控溅射电源,开启Al靶,持续溅射2~10min。

[0051] 设定峰值功率密度 $1\sim 2\text{kW}/\text{cm}^2$,频率为 $10\sim 100\text{Hz}$,脉冲长度为 $10\sim 200\mu\text{s}$;基体脉冲偏压为 $-800\sim -1000\text{V}$,脉冲频率与HiPIMS电源同步,脉冲长度为 $10\sim 200\mu\text{s}$ 。

[0052] 步骤S302、除气:关闭溅射电源,给基体加载正向脉冲偏压,电子轰击除气处理 $1\sim 10\text{min}$ 。

[0053] 正偏压设定为 $200\sim 800\text{V}$,脉冲频率为 $10\sim 100\text{Hz}$ 。重复步骤S301、和步骤S302,直至此循环过程达到2次至10次。

[0054] 步骤S303、沉积:使用中频磁控溅射电源,开启Al靶,持续溅射 $20\sim 90\text{min}$ 。

[0055] 设定靶电流为 $3\sim 8\text{A}$,占空比为 $10\sim 80\%$;基体脉冲偏压为 $-40\sim -150\text{V}$,频率为 $10\sim 100\text{Hz}$;镀层厚度为 $0.5\sim 3\mu\text{m}$ 。

[0056] 步骤S400、冷却和出炉:镀膜完毕后,关闭靶电源,偏压电源以及反馈控制系统电源,关闭气路,将柔性基材随炉冷却 30min ,出炉。

[0057] 图4为步骤200中,谱线强度设定不同Al含量下氧化铝薄膜的XRD图谱。可以看出,当Al含量降低为50%时,XRD图谱中只有一个衍射峰,对应于 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 的(422)晶面;而随着Al含量的进一步减少,(422)衍射峰的强度则显著降低。上述的研究结果表明,室温条件下采用磁控溅射方法获得了晶态的 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 薄膜。

[0058] 经检测,采用本发明方法制备的晶态氧化铝薄膜,具有高透过(可见光80%以上),低摩擦系数(0.1),良好的附着力(大于45N)及优秀的耐磨损性能。

[0059] 实施例2

[0060] 本实施例为一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法,本实施例以Al含量设定值为40%制备晶态透明氧化铝薄膜,该方法包括以下步骤:

[0061] (一)预处理

[0062] (1) 基材清洗:将柔性衬底聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)进行去除表面油垢、污垢及杂质等的前处理;然后依次在去离子水、无水乙醇、去离子水中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备的真空室中。

[0063] (2) 气路清洗:将真空室气压抽至 $1.0\times 10^{-3}\text{Pa}$ 以下,将氩气和氧气通入真空室,进行气路清洗。

[0064] (3) 离子源轰击清洗:关闭阴极靶前挡板,开启离子源挡板。向真空室内通入高纯氩气,采用离子源气体辉光放电清洗 20min 。

[0065] 设定电源功率为 5kW ,电流 4A ;设定Ar气流量为 250sccm ,使真空室内气压升至 5Pa ;基体脉冲偏压为 -900V ,频率为 50Hz 。关闭离子源挡板。

[0066] (二)等离子体参数设定

[0067] (1) 靶清洗:通入高纯氩气,设定Ar气流量为 150sccm ,使真空室内气压升至 2Pa ;使用中频磁控溅射电源,开启Al靶,溅射清洗阴极靶材 20min ;设定靶电流为 5A ,占空比为 80% ;基体脉冲偏压为 -900V ,频率为 50Hz 。

[0068] (2) 谱线强度标定:开启等离子体发射光谱反馈控制系统,获取靶面等离子体的发射光谱,选取Al谱线 396nm 处。

[0069] 设定Ar气流量为 120sccm ,使真空室内气压为 1Pa ;基体脉冲偏压为 -70V ,频率为 50Hz ;标定Al- 396nm 谱线强度为极大(100%);关闭溅射电源,标定Al- 396nm 谱线强度为极小(0%)。

[0070] (3) 谱线强度设定:依据研究和制备需要,设定Al-396nm处谱线强度为40%;开启氧气通路,气体流量计根据实时的等离子体参数对通入量进行动态调节,直至谱线强度稳定在参数设定值,即可进行薄膜的制备;整个调整过程大致需要8min,氧气的通入量为0~20sccm。

[0071] (三) 氧化铝薄膜制备

[0072] 需要说明的是,制备过程中设定Ar气流量为100sccm,工作气压为1Pa;使用等离子体反馈控制系统,实时的动态调整氧气的通入量(0~20sccm),以保证真空环境下的成膜粒子含量不变(40%)。

[0073] (1) 刻蚀:开启靶前挡板,使用高功率脉冲磁控溅射电源,开启Al靶,持续溅射5min。

[0074] 设定峰值功率密度 $1.2\text{kW}/\text{cm}^2$,频率为50Hz,脉冲长度为 $10\mu\text{s}$;基体脉冲偏压为-1000V,脉冲频率与HiPIMS电源同步,脉冲长度为 $100\mu\text{s}$ 。

[0075] (2) 除气:关闭溅射电源,给基体加载正向脉冲偏压,电子轰击除气处理3min;正偏压设定为400V,脉冲频率为50Hz,重复步骤(1)和步骤(2),直至此循环过程达到3次。

[0076] (3) 沉积:使用中频磁控溅射电源,开启Al靶,持续溅射25min。

[0077] 设定靶电流为5A,占空比为80%;基体脉冲偏压为-75V,频率为50Hz;镀层厚度为 $2\mu\text{m}$ 。

[0078] (四) 冷却和出炉

[0079] 镀膜完毕后,关闭靶电源,偏压电源以及反馈控制系统电源,关闭气路,将柔性基材随炉冷却30min,出炉。

[0080] 图5是实施例2—Al含量设定值为40%时,室温制备氧化铝薄膜的截面形貌图。由此可知,在合适的成分配比下,在室温环境中制得了具有明显柱状晶结构的氧化铝薄膜。依据元素分布和厚度值测定,可知当Al含量为40%时,就可以获得理想化学计量的氧化铝薄膜;薄膜的沉积速率为 $80\text{nm}/\text{min}$,较纯Al膜并没有明显的下降,实现了大面积晶态氧化铝的快速制备,极大的增加了应用于工业化生产的可能性。

[0081] 实施例3

[0082] 本实施例为一种室温溅射制备晶态透明氧化铝薄膜的方法,本实施例中以Al含量设定值为50%制备晶态透明氧化铝薄膜,包括以下步骤:

[0083] (一) 预处理

[0084] (1) 基材清洗:将柔性衬底聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)进行去除表面油垢、污垢及杂质等的前处理;然后依次在去离子水、无水乙醇、去离子水中超声波清洗干净,烘干后放入镀膜设备的真空室中。

[0085] (2) 气路清洗:将真空室气压抽至 $1.0\times 10^{-3}\text{Pa}$ 以下,将氩气和氧气通入真空室,进行气路清洗。

[0086] (3) 离子源轰击清洗:关闭阴极靶前挡板,开启离子源挡板。向真空室内通入高纯氩气,采用离子源气体辉光放电清洗15min。

[0087] 设定电源功率为5kW,电流3A;设定Ar气流量为200sccm,使真空室内气压升至3Pa;基体脉冲偏压为-950V,频率为50Hz。关闭离子源挡板。

[0088] (二) 等离子体参数设定

[0089] (1) 靶清洗: 通入高纯氩气, 设定Ar气流量为250sccm, 使真空室内气压升至3Pa; 使用中频磁控溅射电源, 开启Al靶, 溅射清洗阴极靶材30min。

[0090] 设定靶电流为4A, 占空比为80%; 基体脉冲偏压为-800V, 频率为50Hz。

[0091] (2) 谱线强度标定: 开启等离子体发射光谱反馈控制系统, 获取靶面等离子体的发射光谱, 选取Al谱线396nm处; 设定Ar气流量为80sccm, 使真空室内气压为0.6Pa; 基体脉冲偏压为-50V, 频率为50Hz; 标定Al-396nm谱线强度为极大(100%); 关闭溅射电源, 标定Al-396nm谱线强度为极小(0%)。

[0092] (3) 谱线强度设定: 依据研究和制备需要, 设定Al-396nm处谱线强度为50%; 开启氧气通路, 气体流量计根据实时的等离子体参数对通入量进行动态调节, 直至谱线强度稳定在参数设定值, 即可进行薄膜的制备; 整个调整过程大致需要3min, 氧气的通入量为0~20sccm。

[0093] (三) 氧化铝薄膜制备

[0094] 需要说明的是, 制备过程中设定Ar气流量为80sccm, 工作气压为0.6Pa; 使用等离子体反馈控制系统, 实时的动态调整氧气的通入量(0~20sccm), 以保证真空环境下的成膜粒子含量不变(50%)。

[0095] (1) 刻蚀: 开启靶前挡板, 使用高功率脉冲磁控溅射电源, 开启Al靶, 持续溅射6min。

[0096] 设定峰值功率密度 $1.5\text{kW}/\text{cm}^2$, 频率为50Hz, 脉冲长度为 $10\mu\text{s}$; 基体脉冲偏压为-1000V, 脉冲频率与HiPIMS电源同步, 脉冲长度为 $20\mu\text{s}$ 。

[0097] (2) 除气: 关闭溅射电源, 给基体加载正向脉冲偏压, 电子轰击除气处理3min; 正偏压设定为600V, 脉冲频率为50Hz。重复步骤(1)和步骤(2), 直至此循环过程达到5次。

[0098] (3) 沉积: 使用中频磁控溅射电源, 开启Al靶, 持续溅射30min; 设定靶电流为4A, 占空比为80%; 基体脉冲偏压为-50V, 频率为50Hz; 镀层厚度为 $2.1\mu\text{m}$ 。

[0099] (四) 冷却和出炉

[0100] 镀膜完毕后, 关闭靶电源, 偏压电源以及反馈控制系统电源, 关闭气路, 将柔性基材随炉冷却30min, 出炉。

[0101] 图6是实施例3—Al含量设定值为50%时, 室温制备氧化铝薄膜的截面形貌图。由此可知, 在合适的成分配比下, 在室温环境中制得了具有明显柱状晶结构的氧化铝薄膜。依据厚度值测定, 可知当Al含量为50%时, 薄膜的沉积速率为 $70\text{nm}/\text{min}$, 较纯Al膜并没有明显的下降, 实现了大面积晶态氧化铝的快速制备, 极大的增加了应用于工业化生产的可能性。

[0102] 以上对发明的具体实施方式进行了详细说明, 但是作为范例, 本发明并不限制与以上描述的具体实施方式。对于本领域的技术人员而言, 任何对该发明进行的同等修改或替代也都在本发明的范畴之中, 因此, 在不脱离本发明的精神和原则范围下所作的均等变换和修改、改进等, 都应涵盖在本发明的范围内。

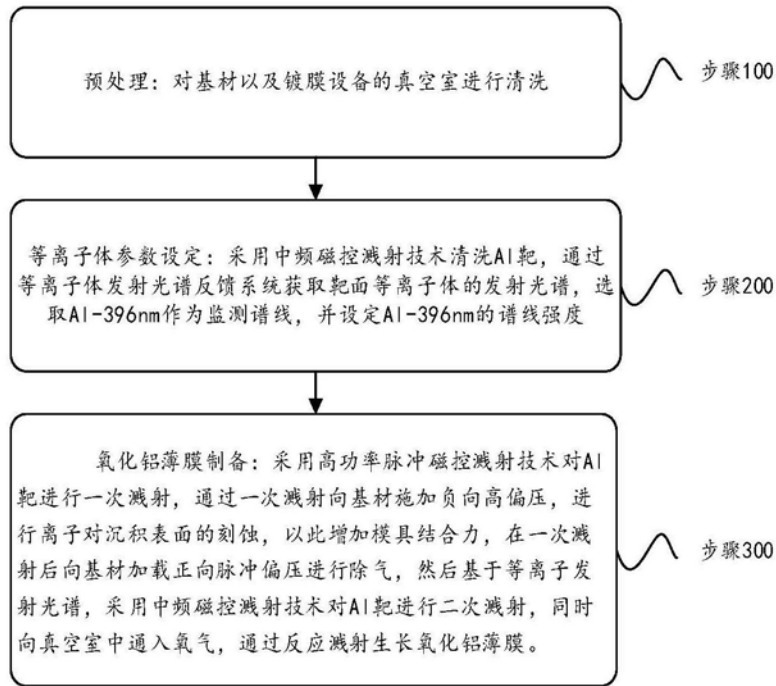


图1

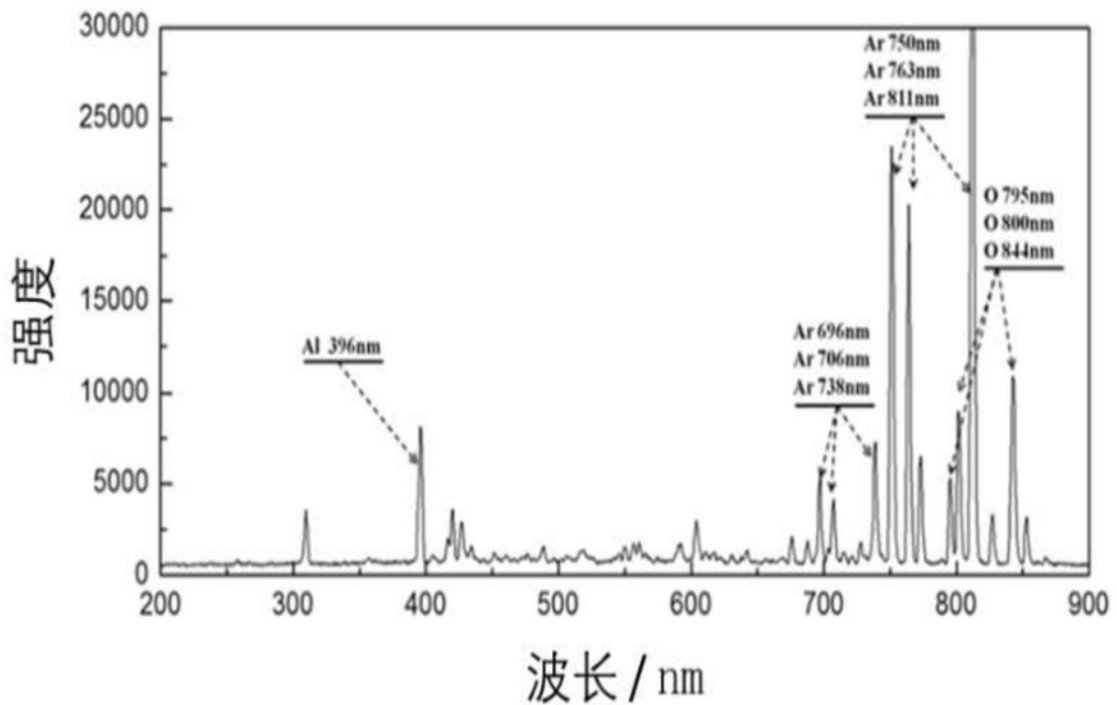


图2

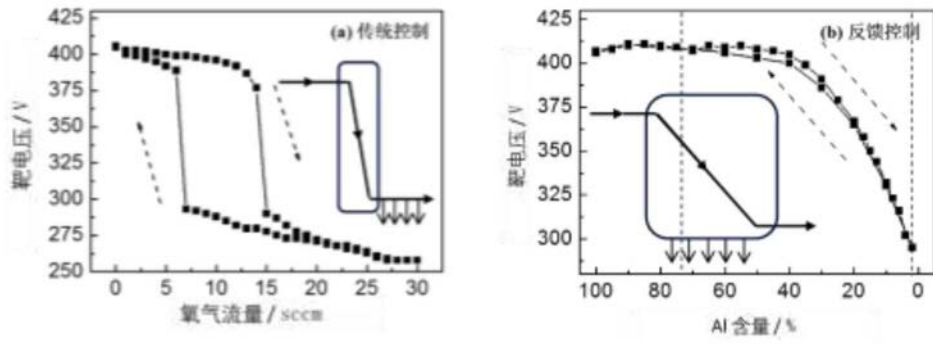


图3

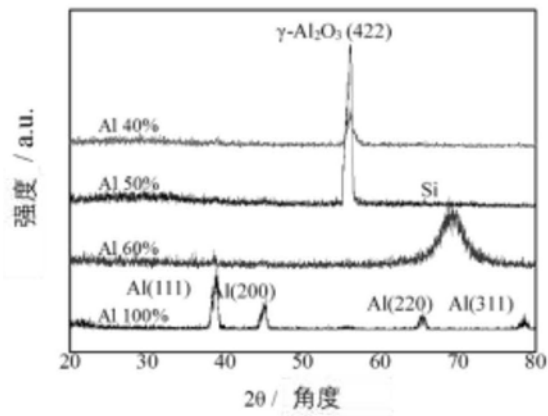


图4

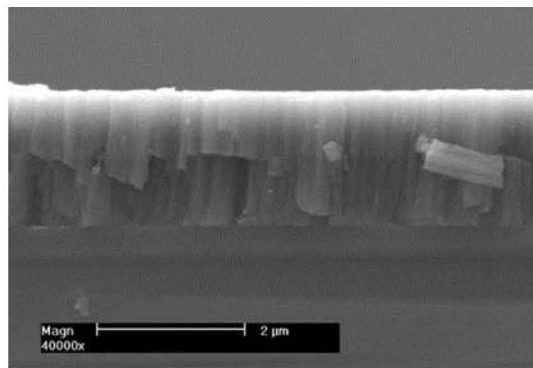


图5

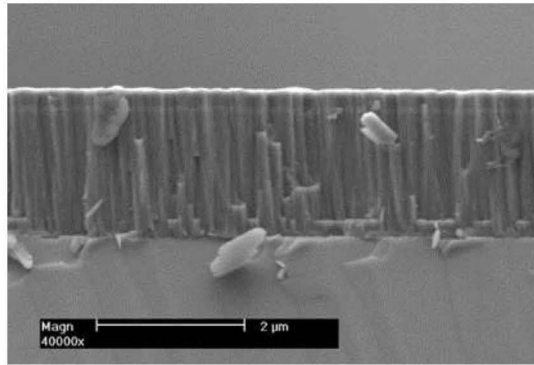


图6