

Influence on the Structure and Optical Properties of Ni-Nb Thin Films Based on Thickness

Hengxi Cui¹, Yi Wei¹, Yongliang Chen², Xuan Zhang², Jie Gao², Jianmin Song^{2*}

¹Baoding No. 1 Middle School, Baoding Hebei

²Agricultural University of Hebei College of Science, Baoding Hebei

Email: jianminsong@126.com

Received: Jul. 2nd, 2018; accepted: Jul. 17th, 2018; published: Jul. 24th, 2018

Abstract

Ni-Nb films with 70 nm, 140 nm and 210 nm in thickness were fabricated on glass substrates by off-axis magnetron sputtering. The optical properties, crystal structure and surface morphology of the films were characterized by UV VIS spectrophotometer, X-ray diffraction (XRD) and atomic force microscopy (AFM). The XRD results show that the Ni-Nb film is amorphous. The AFM images show that the Ni-Nb films have uniform and dense microstructure with mean roughness of 1.70 nm. The projection and reflectance spectra indicate that Ni-Nb thin film with 140 nm exhibits excellent optical properties.

Keywords

Bias Magnetron Sputtering, Optical Property, Ni-Nb Thin Film

厚度对Ni-Nb薄膜结构和光学性能的影响

崔恒熙¹, 魏一¹, 陈永亮², 张轩², 高洁², 宋建民^{2*}

¹保定市第一中学, 河北 保定

²河北农业大学理学院, 河北 保定

Email: jianminsong@126.com

收稿日期: 2018年7月2日; 录用日期: 2018年7月17日; 发布日期: 2018年7月24日

摘要

采用偏轴磁控溅射法在玻璃基底上制备了70 nm、140 nm和210 nm厚度的Ni-Nb薄膜。利用紫外-可见

*通讯作者。

分光光度计、X射线衍射(XRD)和原子力显微镜(AFM)对薄膜的光学特性,晶体结构和表面形貌进行了表征与分析。投射和反射光谱表明140 nm厚度的Ni-Nb薄膜具有优异的光学性能。XRD结果表明Ni-Nb薄膜为非晶态结构。AFM图片显示出Ni-Nb薄膜均匀致密,均方粗糙度仅为1.70 nm。

关键词

偏轴磁控溅射法, 光学性能, 镍-铌薄膜

Copyright © 2018 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 前言

光学薄膜由于其具有反射、减反射和光谱调控等特性,可被广泛应用于光电子学,光学工程和现代建筑等领域,现已引起了诸多科研工作者的关注[1] [2] [3]。光学薄膜通过反射和减反射功能,可将不同波段的光束按照要求折转到空间各个方位或将光束在界面的损耗减少到极致,从而实现光学系统的设计。现代建筑中,传统门窗玻璃的传热系数比墙体壁高出很多,导致建筑物能耗较大,考虑到节能与环保因素,具有可见光透过率大和红外反射系数小,且同时满足建筑采光、装饰和防光污染等要求的低辐射镀膜玻璃被广泛采用[4] [5]。低辐射镀膜玻璃构架一般为 $\text{MO}_x/\text{Ag}/\text{MO}_x/\text{玻璃}$,中间层贵金属Ag作为功能膜,可以有效地降低通过玻璃的热辐射[6] [7]。目前,为了降低功能薄膜材料的成本和提高生产效率,许多新型的膜层材料被引入,其中Ni-Nb基薄膜为理想功能材料之一[8] [9]。Ni-Nb是一种二元复合薄膜材料,具有抗高温氧化性、高硬度、耐腐蚀、较好的膜基结合力和低的表面粗糙度等性能,现已广泛应用于电力、石油以及航天航空等领域[10] [11] [12]。然而国内外对Ni-Nb薄膜的研究主要集中于Ni或Nb基多元膜、复合薄膜和多层复合膜的结构和性能的探讨,关于Ni-Nb薄膜光学性能的报道较少。除了膜材料外,镀膜方法和膜层设计也是影响低辐射镀膜玻璃性能的重要因素。目前,玻璃基制备薄膜的物理方法主要包括溶胶-凝胶法[13]、脉冲激光沉积法(PLD) [14]和磁控溅射法(MS) [15]等。磁控溅射法具有溅射工艺重复性好,薄膜质量高,与基片结合较好,膜厚可控等诸多优点,现已成为了沉积高质量金属薄膜及其他氧化物薄膜的主流工艺之一。本文采用偏轴磁控溅射法,在玻璃和单晶硅衬底上,制备了不同厚度的Ni-Nb薄膜,研究了厚度对Ni-Nb镀膜玻璃光学性能的影响。旨在采用新材料、新工艺得到性能更加优越的光学薄膜,探索新的膜系结构,为进一步提高低辐射玻璃的光学性能提供实验数据。

2. 实验

2.1. 样品制备

采用偏轴磁控溅射法在玻璃和单晶硅基底上分别制备了70 nm、140 nm和210 nm厚度的Ni-Nb薄膜,具体步骤如下:

- 1) 基片准备。将尺寸25*25*5 mm的玻璃及10*10*0.5 mm单晶Si基片先后放入高纯丙酮和无水乙醇中,利用超声波清洗10 min,以此去除基片表面的污染,然后将基片迅速放入磁控溅射实验仪的真空腔中。

- 2) 偏轴磁控溅射法在玻璃和硅基片上生长Ni-Nb薄膜。利用机械泵和分子泵将放入基片的磁控溅射仪腔体中的内背底真空度抽至 5.0×10^{-4} Pa以下;打开流量计和进气阀使腔体充入高纯氩气,调节流量

计设置流量为 50 sccm, 调节闸板阀, 使腔体中压强保持在 2 Pa; 调节直流电源功率旋钮, 保持功率为 15 W; 温度保持为室温; 为了去除靶材表面的污染物, 高纯(99.99%) Ni-Nb 靶材预溅射 10 min, 然后正式溅射。溅射过程中, 靶衬夹角保持约 45°, 间距为 55 mm。

3) 将制备好的试样从真空室取出, 编号封装于干燥器内, 以待进行各项性能的检测。

2.2. 样品表征

采用台阶仪(Bruker)测试样品的薄膜厚度。采用紫外分光光度计测试样品的光学性能。采用丹东 DX-2500 型 X 射线衍射仪(Cu K α 辐射, 管压为 40 kV, 电流为 25 mA)对样品进行结构分析。采用 AFM (Bruker)原子力显微镜对 NBT 薄膜表面形貌进行测量。

3. 结果及分析

3.1. Ni-Nb 薄膜的光学性能

玻璃和 Si 基片上制备 Ni-Nb 薄膜工艺参数如表 1 所示。

通过以上工艺参数在玻璃和单晶硅基底上分别制备了 70 nm、140 nm 和 210 nm 厚度的 Ni-Nb 薄膜。首先对不同厚度的 Ni-Nb 薄膜进行了光学性能测试, 如图 1 所示。图 1 表示不同 Ni-Nb 靶溅射时间下制备的样品的可见光透过率曲线。其中 A1 为未生长 Ni-Nb 薄膜的玻璃基片的透过率曲线, 透光率为 92%。A2、A3 和 A4 样品分别表示生长 Ni-Nb 薄膜厚度 70、140 和 210 nm 的镀膜玻璃。对比图 1 中曲线可以看出, 镀膜后的样品透过率均有所降低, 且 A3 样品比 A4 样品可见光透过率大, 这可能是由于随着薄膜厚度的增加, 漫反射的作用越来越大造成的结果。此外, 由 A3 样品曲线可以看出, 在波长 550 nm 处可达 87.2%。紫外(320 nm~400 nm 波段)吸收率最高达到 87%, 红外(760 nm~800 nm 波段)吸收率最高

Table 1. Samples prepared at different sputtering times

表 1. 不同溅射时间下制备的样品

样品	Ni-Nb 溅射时间(min)	Ni-Nb 溅射功率(W)	Ar 气流量(sccm)	靶衬间距(mm)	溅射压强(Pa)	溅射温度
A1	0					
A2	30	15	50	550	2	室温
A3	60					
A4	90					

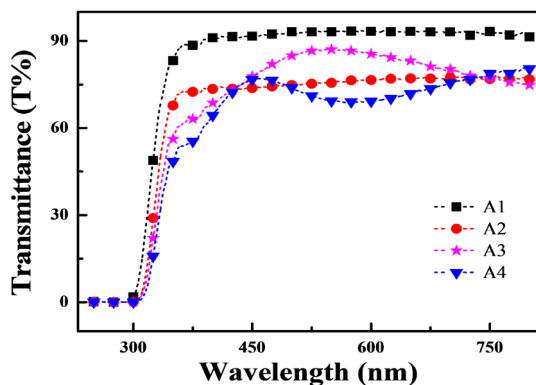


Figure 1. The visible light transmission of the samples with different Ni-Nb film thickness

图 1. 不同 Ni-Nb 薄膜厚度样品的可见光透过率曲线

为 25.3%。表明当 Ni-Nb 靶溅射功率为 15 W，氩气流量为 50 sccm，溅射时间为 60 min 时获得的 140 nm Ni-Nb 镀膜玻璃具有优异的光学性能。

为了进一步研究 Ni-Nb 镀膜玻璃对紫外和红外反射程度，对 140 nm Ni-Nb 镀膜玻璃进行了 240 nm~2600 nm 光波段的反射扫描，结果如图 2 所示。图 2 曲线表明，在紫外区，薄膜对紫外光的反射率先增大后减小，380 nm 附近具有最大反射值，约为 23%，造成此结果的原因可归结为：380 nm 紫外光线在 Ni-Nb 薄膜界面处发生干涉现象，当 Ni-Nb 薄膜厚度为 140 nm 时接近于薄膜干涉相消的条件。可见光波段，整体反射率较低，550 nm 附近仅为 7.5%。红外波段整体反射率较大，趋势与紫外波段相似，反射率也为先增加后减小，在 990 nm 附近处具有大反射率，为 18.5%。由此可以看出，我们制备的 140 nm Ni-Nb 镀膜玻璃具有较好的可见光透射率，并对红外和紫外波段具有相对较大的反射率。

3.2. Ni-Nb 薄膜的结构与形貌表征

图 3 为用 X 射线衍射法对 Ni-Nb 薄膜微观结构进行检测的 XRD 图谱。所测样品 A3 的制备参数为室温条件下，Ni-Nb 靶溅射功率为 15 W，氩气流量为 50 sccm，溅射时间为 60 min。由图 3 可知，除了 Si (004) 的基片峰外，未出现 Ni-Nb 薄膜的衍射峰，表明在室温，Ni-Nb 靶溅射功率为 15 W，氩气流量为 50 sccm，溅射时间为 60 min 条件下，制备的 140 nm 厚度的 Ni-Nb 薄膜为非晶态结构。本实验中，为了 Ni-Nb 薄膜易于形成非晶态，制备方法采用常温偏轴磁控溅射法。原因归结于，低温条件下溅射出的 Ni-Nb 粒子在薄膜的体内和表面扩散能力较低，利于形成细小非晶态薄膜组织。此外，薄膜结晶与基片取向存在一定的关联，采用非晶态的玻璃基体更易趋向于非晶态结构；而且 Ni-Nb 薄膜中存在 Ni 和 Nb 两种沉积原子，两种原子的尺寸不同也会使薄膜倾向于非晶结构。这种薄膜非晶态结构，使其体内及表面分布均匀，可以有效减少薄膜中过多的缺陷，利于减小表面和体内散射，促使薄膜的可见光透过率增加。

表面粗糙度和厚度对薄膜的机械性能有重要的影响，因而 Ni-Nb 薄膜作为低辐射玻璃的介质层，应在保证较高的可见光透过率的前提下，尽可能的降低表面粗糙度。均方根粗糙度是均方平均数，更能准确反映薄膜粗糙度的综合情况。图 4 为 A3 样品的 AFM 表面及三维图。由 AFM 得出 140 nm Ni-Nb 镀膜玻璃的试样 A3 表面均方根粗糙度仅为 1.70 nm，表明 Ni-Nb 薄膜均匀致密，具有非常好的平整度。进一步通过 AFM 三维图可以看出，Ni-Nb 薄膜缺陷较少。以上优点有利于降低薄膜的散射和反射效应，使其具有较高的可见光透过率。同时，Ni-Nb 薄膜具有均匀、致密、连续、膜基结合力高等特点，因此，将其应用于低辐射镀膜玻璃的介质层可以有效的提高低辐射镀膜玻璃的可异地加工性能和化学稳定性。

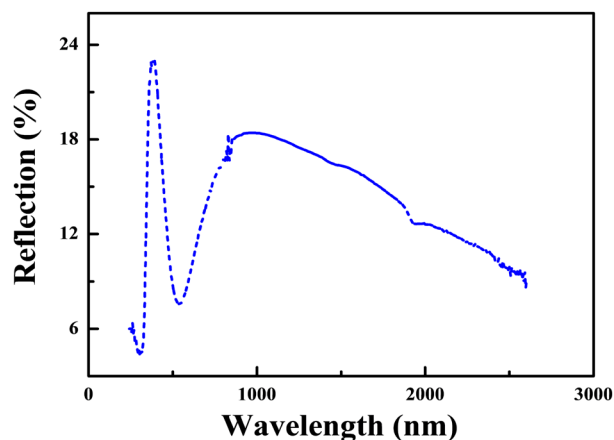


Figure 2. The reflectance spectrum of A3 sample
图 2. A3 样品的反射图谱

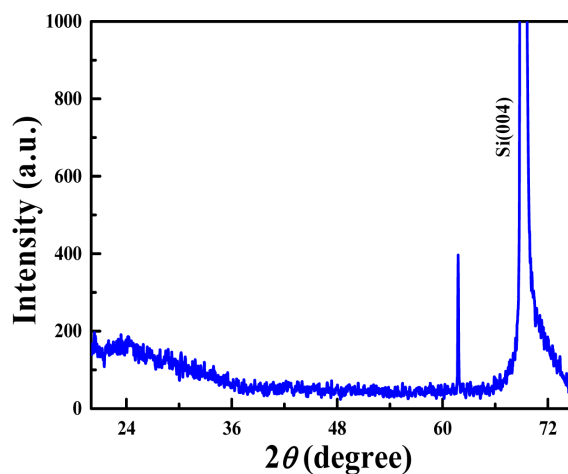


Figure 3. The XRD spectrum of the A3 sample
图 3. A3 样品的 XRD 图谱

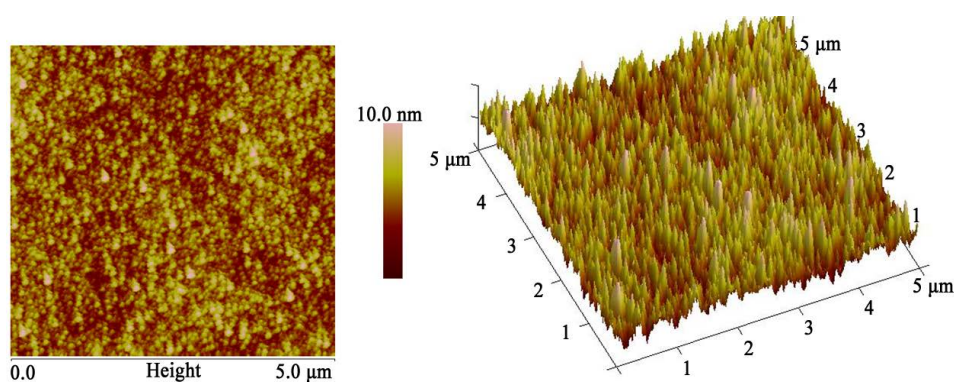


Figure 4. The AFM diagram of the A3 sample
图 4. A3 样品的 AFM 图

4. 结论

本实验采用偏轴磁控溅射法制备了 Ni-Nb 低辐射薄膜玻璃, 研究了制备参数对薄膜光学性能的影响, 采用 XRD、AFM、紫外可见分光光度计和台阶仪对 Ni-Nb 薄膜的结构和性能进行了研究, 结果表明, 当工艺参数为 Ni-Nb 靶功率 15 W, 氩气流量 50 sccm, 溅射时间 60 min 时, 制备的 140 nm Ni-Nb 薄膜, 具有较好的光学性能, 且 Ni-Nb 薄膜为非晶态; 均方粗糙度为 1.70 nm; 在波长为 550 nm 处的可见光透过率为 87.2%; 紫外(320 nm~400 nm 波段)吸收率最高达到 87%, 红外(760 nm~800 nm 波段)吸收率最高为 25.3%; 紫外波段, 380 nm 附近具有最大反射值, 约为 23%; 红外波段, 990 nm 附近处具有大反射率, 约为 18.5%, 具有一定的节能效果。本论文旨在采用新材料、新工艺得到性能更加优越的光学薄膜, 探索新的膜系结构, 为进一步提高低辐射玻璃的光学性能提供实验数据。

基金项目

河北农业大学基金项目资助(ZD201614, 2017090)。

参考文献

- [1] Fan, Z.X. (2011) Development and Recent Progress of Optical Thin Films. *Acta Optica Sinica*, **31**, 268-272.

- [2] Xi, J.Q., Schubert, M.F., Kim, J.K., *et al.* (2007) Optical Thin-Film Materials with Low Refractive Index for Broadband Elimination of Fresnel Reflection. *Nature Photonics*, **1**, 176-179. <https://doi.org/10.1038/nphoton.2007.26>
- [3] Chang, C.M., Yang, C.J., Wang, K.K., *et al.* (2017) On the Reflectivity and Antibacterial/Antifungal Responses of Al-Ni-Y Optical Thin Film Metallic Glass Composites. *Surface & Coatings Technology*, **327**, 75-82. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2017.08.005>
- [4] Cai, B., Xin, R.S. and Jia, X.L. (2011) The Study of Sputtered Silver-Based Low-Emissivity Coating on Glass. *Advanced Materials Research*, **150-151**, 36-39. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.399-401.36>
- [5] Zhou, J., Yi, R., Fu, Z., *et al.* (2007) Review of the Research and Development of Low Emissivity Coating Glass. *Journal of Building Structures*, **28**, 104-108.
- [6] Yang, J.K., Zhao, H.L., Zhao, L.P., *et al.* (2014) Optical and Micro-Mechanical Properties of Ag-Based Low-E Glass by Magnetron Sputtering. *Applied Mechanics & Materials*, **477-478**, 977-981. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.477-478.977>
- [7] Wang, H.R., Kim, H.B. and Lee, S.Y. (2014) Structural and Optical Properties of Multilayer Films of IGZO/Ag/IGZO for Low Emissivity Applications. *Journal of the Korean Institute of Electrical and Electronic Material Engineers*, **26**, 321-324.
- [8] Enayati, M.H., Chang, I.T.H., Schumacher, P., *et al.* (1997) Mechanical Alloying of Ni-Nb Alloys. *Materials Science Forum*, **235-238**, 85-90. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.235-238.85>
- [9] Fukuda, K., Lim, S.H.N. and Anders, A. (2008) Coalescence of Magnetron-Sputtered Silver Islands Affected by Transition Metal Seeding (Ni, Cr, Nb, Zr, Mo, W, Ta) and Other Parameters. *Thin Solid Films*, **516**, 4546-4552. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.05.080>
- [10] Wei, Z. and Akihisa, I. (2005) Effects of Ti on the Thermal Stability and Glass-Forming Ability of Ni-Nb Glassy Alloy. *Materials Transactions*, **43**, 2342-2345.
- [11] Trifonov, A.S., Lubenchenko, A.V., Polkin, V.I., *et al.* (2015) Difference in Charge Transport Properties of Ni-Nb Thin Films with Native and Artificial Oxide. *Journal of Applied Physics*, **117**, 1947-116. <https://doi.org/10.1063/1.4915935>
- [12] Ma, Y., Cao, Q.P., Qu, S.X., *et al.* (2012) Stress-State-Dependent Deformation Behavior in Ni-Nb Metallic Glassy Film. *Acta Materialia*, **60**, 4136-4143. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.04.028>
- [13] Lu, Y., Khan, S., Song, C.L., *et al.* (2016) Doping Concentration Effects upon Column-Structured Nb:TiO₂ for Transparent Conductive Thin Films Prepared by ASol-Gel Method. *Journal of Alloys & Compounds*, **663**, 413-418. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.12.102>
- [14] Trassin, M., Clakson, J.D., Bowden, S.R., *et al.* (2013) Interfacial Coupling in Multiferroic Ferromagnet Heterostructures. *Physical Review B*, **87**, Article ID: 134426. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.87.134426>
- [15] Siddheswaran, R., Životský, O., Hendrych, A., *et al.* (2016) Structural and Magnetic Properties of the Transition Metals (TM, Co, Ni) and NbCo-Doped SrTiO₃ Thin Films. *Materials Research Bulletin*, **83**, 193-200. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.87.134426>

知网检索的两种方式:

1. 打开知网页面 <http://kns.cnki.net/kns/brief/result.aspx?dbPrefix=WWJD>
下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2161-0916, 即可查询
2. 打开知网首页 <http://cnki.net/>
左侧“国际文献总库”进入, 输入文章标题, 即可查询

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: mp@hanspub.org