

高折射率氢化硅薄膜的制备方法、高折射率氢化硅薄膜、滤光叠层和滤光片

相关申请的交叉引用

本申请要求于 2017 年 11 月 01 日提交中国专利局的申请号为 2017110611306、名称为“高折射率氢化硅薄膜的制备方法、高折射率氢化硅薄膜、滤光叠层和滤光片”的中国专利申请的优先权，其全部内容通过引用结合在本申请中。

技术领域

本发明涉及光学薄膜技术领域，具体而言，涉及一种高折射率氢化硅薄膜的制备方法、高折射率氢化硅薄膜、滤光叠层和滤光片。

背景技术

氢化硅薄膜由于在红外成像传感器、太阳能电池及薄膜晶体管等微电子器件中有着广泛应用前景而备受关注。氢化硅的制备工艺主要分为化学沉积法，如等离子体增强化学气相沉积等；物理沉积法，如射频溅射等。

在 3D 等近红外成像系统中，会用到一种窄带带通滤光片，要求即使光线大角度入射，其中心波长随角度偏移量尽量的小，这样才能保证在一个较广的视场角内信号损失少、信噪比高。而制作这样的窄带带通滤光片，需要用到超高折射率的镀膜材料和较低折射率的相互叠加镀制而成，一般的膜系结构在几十层甚至到上百层，总厚度超过 8 μm 。

现有技术中 JDS 优尼弗思公司在 2013 年申请的公开号为 CN 104471449 A 的中国专利中提到一种高折射率、低消光系数氢化硅，结果显示每个氢化硅层在 800nm 至 1100nm 波长范围内的折射率均大于 3，在 800nm 至 1100nm 波长范围内的消光系数均小于 0.0005。这种高折射率的氢化硅层是在该公司具有专利的镀膜设备（溅射沉积系统）上实现的，溅射沉积系统结构如图 1 所示。溅射沉积系统通过等离子体激发源（PAS）460 对通入的氢气进行活化，与溅射的硅材料（硅靶）431 重叠，使氢化硅层以相对较高的沉积速率和相对较低的氢含量被沉积到基底 420 上。该技术属于反应溅射，即在反应气体的环境下溅射靶材（硅靶）时，靶材与气体发生反应形成化合物——氢化硅。而这种技术采用反应溅射原理，可能存在靶材“中毒”的情况，即靶材容易被氢气污染，造成生产不稳定等问题。

为制作具有低偏效应的滤光片，一般的溅射设备难以制备超过 2.5 以上的高折射率、低于 0.0005 的消光系数的氢化硅，必须使用复杂的、专用的镀膜设备。而利用现有技术制作的镀膜机，其生产效率较低，这就造成单片的成本高居不下。

有鉴于此，特提出本发明。

发明内容

本发明的目的之一在于提供一种高折射率氢化硅薄膜的制备方法，该方法使生产效率得到提升，降低了成本，获得的含氧或含氮的氢化硅薄膜具有较高的折射率和更低的吸收。

本发明的目的之二在于提供一种采用所述的高折射率氢化硅薄膜的制备方法得到的高折射率氢化硅薄膜，该薄膜折射率高、吸收低。

本发明的目的之三在于提供一种滤光叠层，以所述含氧或含氮的氢化硅薄膜作为高折射率材料制得，其透过率高，且具有中心波长偏移量较小，信号损失少、信噪比高等优势。

本发明的目的之四在于提供一种包含所述滤光叠层的滤光片，该滤光片具有与上述滤光叠层相同的优势，使得制成的滤光片具有较高的透过率且中心波长偏移量小。

为了实现本发明的上述目的，特采用以下技术方案：

第一方面，提供了一种高折射率氢化硅薄膜的制备方法，包括以下步骤：

（a）通过磁控 Si 靶溅射，在基体上沉积 Si，形成硅薄膜；

(b) 硅薄膜在含有活性氢和活性氧的环境中形成含氧的氢化硅薄膜, 活性氧的数量占活性氢和活性氧总数量的 4~99%, 或,

硅薄膜在含有活性氢和活性氮的环境中形成含氮的氢化硅薄膜, 活性氮的数量占活性氢和活性氮总数量的 5~20%。

优选地, 在本发明技术方案的基础上, 步骤(b)中活性氧的数量占活性氢和活性氧总数量的 4~70%, 或, 活性氮的数量占活性氢和活性氮总数量的 5~18%。

优选地, 步骤(b)中活性氧的数量占活性氢和活性氧总数量的 5~20%, 或, 活性氮的数量占活性氢和活性氮总数量的 5~10%。

优选地, 在本发明技术方案的基础上, 高折射率氢化硅薄膜的制备方法包括以下步骤:

(a) 在存在惰性气体的条件下通过 MF 磁控 Si 靶溅射, 在基体上沉积 Si, 形成硅薄膜;

(b) 在存在氢气、氧气和惰性气体混合气体的条件下通过 RF 或 ICP 对混合气体活化, 形成等离子体, 等离子体与硅薄膜反应, 形成含氧的氢化硅薄膜, 其中, 氧气占氢气和氧气混合气体的体积百分比为 4~99%, 优选 4~70%, 进一步优选 5~20%, 或,

在存在氢气、氮气和惰性气体混合气体的条件下通过 RF 或 ICP 对混合气体活化, 形成等离子体, 等离子体与硅薄膜反应, 形成含氮的氢化硅薄膜, 其中, 氮气占氢气和氮气混合气体的体积百分比为 5~20%, 优选 5~18%, 进一步优选 5~10%。

优选地, 在本发明技术方案的基础上, 步骤(a)中 Si 靶溅射功率为额定功率的 5%-80%, 优选 20%-80%, 进一步优选 40%-80%, 进一步优选 40%-70%, 进一步优选 50%-70%; 和/或, 步骤(b)中通过 RF 或 ICP 对混合气体活化的功率为额定功率的 5%-80%, 优选 5%-50%, 进一步优选 15%-50%, 进一步优选 20%-50%。

优选地, 一种典型的高折射率氢化硅薄膜的制备方法包括以下步骤:

(a) 干净的基体放在真空溅射反应镀膜机的转动机构上, 镀膜面朝向靶材, 转动机构在镀膜腔室内匀速旋转; 镀膜腔室内真空度高于 10^{-3} Pa 时, 开启溅射源并通氩气, 通过 MF 磁控 Si 靶溅射, 在基体上沉积 Si, 形成硅薄膜;

(b) 随着转动机构转动, 基体被带往反应源区域, 开启反应源并通氢气、氧气和氩气, 形成等离子体, 与硅薄膜发生反应, 形成含氧的氢化硅薄膜, 反应源为 RF 或 ICP 等离子体激发源;

其中, 溅射源的功率为额定功率的 5%-80%, 反应源的功率为额定功率的 5%-80%, 通入的氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 4~99%。

优选地, 另一种典型的高折射率氢化硅薄膜的制备方法包括以下步骤:

(a) 干净的基体放在真空溅射反应镀膜机的转动机构上, 镀膜面朝向靶材, 转动机构在镀膜腔室内匀速旋转; 镀膜腔室内真空度高于 10^{-3} Pa 时, 开启溅射源并通氩气, 通过 MF 磁控 Si 靶溅射, 在基体上沉积 Si, 形成硅薄膜;

(b) 随着转动机构转动, 基体被带往反应源区域, 开启反应源并通氢气、氮气和氩气, 形成等离子体, 与硅薄膜发生反应, 形成含氮的氢化硅薄膜, 反应源为 RF 或 ICP 等离子体激发源;

其中, 溅射源的功率为额定功率的 5%-80%, 反应源的功率为额定功率的 5%-80%, 通入的氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 5~20%。

优选地, 在本发明技术方案的基础上, 转动机构选自转盘、滚筒、转架杆中的一种。

优选地, 在本发明技术方案的基础上, 镀膜腔室设置有用将镀膜腔室分割为第一腔室和第二腔室的挡板, 溅射源位于第一腔室内, 反应源位于第二腔室内。

优选地, 在本发明技术方案的基础上, 镀膜腔室设置有气体混合腔, 氢气、氧气和氩气分别通入气体混合腔, 混合均匀后通入镀膜腔室进行活化; 或,

氢气、氮气和氩气分别通入气体混合腔, 混合均匀后通入镀膜腔室进行活化。

优选地, 在本发明技术方案的基础上, 在步骤(a)中, 在开启溅射源之前, 还包括

加热基体至基体温度为 100-300℃，接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗；清洗完毕后，关闭氩气，再次将镀膜腔室内真空度抽至高于 10^{-3} Pa；

优选地，轰击清洗的时间为 1~5min，轰击功率为额定功率的 5%-80%。

优选地，在本发明技术方案的基础上，在步骤（b）结束后，还包括将含氧的氢化硅薄膜或含氮的氢化硅薄膜在退火炉内 100-300℃退火 60-180min。

优选地，在本发明技术方案的基础上，对含氧的氢化硅薄膜或含氮的氢化硅薄膜在退火炉内退火包括：

以升温速率为 1-15℃/min 的速度升温至 100-300℃，时间为 30-60min；

接着保持恒温在 100-300℃，时间为 30-120min；

接着以降温速度为 10-30℃/min 的速度降温至室温。

第二方面，提供了一种采用上述高折射率氢化硅薄膜的制备方法得到的高折射率氢化硅薄膜，所述高折射率氢化硅薄膜在 800~1100nm 波长范围内的折射率为 1.46~3.7，所述高折射率氢化硅薄膜在 800~1100nm 波长范围内的消光系数小于 0.0001。

第三方面，提供了一种滤光叠层，包括多个上述高折射率氢化硅薄膜和多个低折射率薄膜，多个高折射率氢化硅薄膜和多个低折射率薄膜交替堆叠，其中，所述低折射率薄膜为在 800~1100nm 波长范围内折射率小于所述高折射率氢化硅薄膜在 800~1100nm 波长范围内折射率的薄膜。

优选地，在本发明技术方案的基础上，所述低折射率薄膜为二氧化硅薄膜；

优选地，所述低折射率薄膜为低折射率氢化硅薄膜，所述低折射率薄膜为在 800~1100nm 波长范围内折射率小于所述高折射率氢化硅薄膜在 800~1100nm 波长范围内折射率的薄膜；

优选地，滤光叠层的层数为 10~100 层；

优选地，滤光叠层的厚度为 1~10μm。

第四方面，提供了一种滤光片，其包含上述滤光叠层。

与已有技术相比，本发明具有如下有益效果：

（1）本发明高折射率氢化硅薄膜的制备方法首先利用磁控溅射法，磁控 Si 靶溅射，在基体上沉积 Si，形成硅薄膜，然后在含有活性氢的环境中通过氢化反应形成氢化硅薄膜，溅射过程和反应过程是分开的，相对独立的，溅射过程靶材不易被反应气体污染，有效避免靶材中毒问题。同时，在含有活性氢的环境中加入特定比例的活性氧或活性氮，在氢化反应的同时发生氧化反应或氮化反应，形成高折射率、低吸收的含氧氢化硅薄膜或含氮氢化硅薄膜，此外，通过该方法使生产效率得到提升，降低了成本。

（2）本发明高折射率氢化硅薄膜的制备方法得到的氢化硅薄膜在 800~1100nm 波长范围内的折射率为 1.46~3.7，在 800~1100nm 波长范围内的消光系数小于 0.0001，其薄膜折射率高，吸收低。

（3）本发明的滤光叠层以所述含氧或含氮的氢化硅薄膜作为高折射率材料，与诸如氧化硅、高含氧的氢化硅等低于上述折射率的较低折射率材料交替堆叠，形成高透射率的滤光叠层，滤光叠层镀制在玻璃、树脂基板之上，形成光学干涉薄膜带通、长波通、短波通等滤光片，使光线在大角度入射时滤光片的中心波长偏移量较小，进而使传感器在大视场角范围内具有信号损失少、信噪比高等优势，可应用在夜视、3D 成像、3D 建模、人脸识别、虹膜识别、手势识别等所有需要低偏移效应的滤光器、传感器系统中。

（4）本发明的滤光片，包含了上述滤光叠层，因此具有与上述滤光叠层相同的优势，使得制成的滤光片具有较高的透过率且中心波长偏移量小。

附图说明

图 1 为现有技术溅射沉积系统的结构示意图；

图 2 为本发明一种实施方式的真空溅射反应镀膜系统的结构示意图；

图 3 为 940nm 下氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜折射率和消光系数的影响 ((a) 为 940nm 下氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜折射率的影响, (b) 为 940nm 下氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜消光系数的影响);

图 4 为 850nm 下氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜折射率和消光系数的影响 ((a) 为 940nm 下氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜折射率的影响, (b) 为 940nm 下氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜消光系数的影响);

图 5 为 940nm 下氮气占氢氮混合气体的比例对含氮氢化硅薄膜折射率和消光系数的影响 ((a) 为 940nm 下氮气占氢氮混合气体的比例对含氮氢化硅薄膜折射率的影响, (b) 为 940nm 下氮气占氢氮混合气体的比例对含氮氢化硅薄膜消光系数的影响);

图 6 为使用实施例 28 的滤光叠层镀制的 940nm 中心波长的带通滤光片 0-30°入射的实测光谱曲线;

图 7 为使用实施例 28 的滤光叠层镀制的 850nm 中心波长的带通滤光片 0-30°入射的实测光谱曲线;

图 8 为使用实施例 29 的滤光叠层镀制的 940nm 中心波长的带通滤光片 0-30°入射的实测光谱曲线;

图 9 为使用 TiO₂ 滤光叠层镀制的 940nm 中心波长的带通滤光片 0-30°入射的实测光谱曲线。

附图标记: 100-基片; 200-转动机构; 300-溅射源; 400-反应源; 500-镀膜腔室; 600-挡板; 700-气体混合腔。

具体实施方式

下面将结合实施例对本发明的实施方案进行详细描述, 但是本领域技术人员将会理解, 下列实施例仅用于说明本发明, 而不应视为限制本发明的范围。实施例中未注明具体条件者, 按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者, 均为可以通过市售购买获得的常规产品。

根据本发明的第一个方面, 提供了一种高折射率氢化硅薄膜的制备方法, 包括以下步骤:

(a) 通过磁控 Si 靶溅射, 在基体上沉积 Si, 形成硅薄膜;

(b) 硅薄膜在含有活性氢和活性氧的环境中形成含氧的氢化硅薄膜, 活性氧的数量占活性氢和活性氧总数量的 4~99%, 或,

硅薄膜在含有活性氢和活性氮的环境中形成含氮的氢化硅薄膜, 活性氮的数量占活性氢和活性氮总数量的 5~20%。

步骤 (a) 中, Si 靶上为单晶或多晶形态的半导体高纯硅材料。

典型但非限制性的基体例如为单晶 Si 片、玻璃片或树脂片。

首先利用磁控溅射法, 磁控 Si 靶溅射, 在基体上沉积 Si, 形成硅薄膜。

磁控溅射是物理气相沉积 (Physical Vapor Deposition, PVD) 的一种, 具有设备简单、易于控制、镀膜面积大和附着力强等优点。磁控溅射可以在真空镀膜机中进行, Si 靶安装在中频 (MF, Medium Frequency) 或射频 (RF, Radio Frequency) 阴极上, 真空室内通入惰性气体 (典型但非限制性的例如氩气), 氩气被电离形成等离子体, 在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶, 硅材料被溅射到基片上, 形成硅薄膜。

步骤 (b) 中, 活性氢可以通过活化氢气获得, 活性氢的原子和分子形式均被认为存在于等离子体中, 活性氢更具化学活性, 因此可与 Si 生成 Si-H 键。

同理活性氧可以通过活化氧气获得, 可生成 Si-O 键, 活性氮可以通过活化氮气获得, 可生成 Si-N 键。

优选可以通过射频 (RF) 或 ICP (Inductive Coupled Plasma Emission Spectrometer, 电

感耦合等离子体)等离子体激发源激发氢气和氧气,或者,激发氢气和氮气,以获得活性氢和活性氧,或者,活性氢和活性氮,从而与硅反应得到含氧的氢化硅或含氮的氢化硅。

氢化硅中含氧量或含氮量对薄膜的折射率和吸收具有重要影响,为了获得高折射率和吸收小的氢化硅薄膜,需要控制氢化硅中含氧量或含氮量。

步骤(b)中,当硅薄膜在含有活性氢和活性氧的环境中形成含氧的氢化硅薄膜时,控制活性氧的数量占活性氢和活性氧总数量的4~99%,例如4%、5%、10%、20%、30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%、95%和99%中的一者或任意两者之间的范围值。

步骤(b)中,当硅薄膜在含有活性氢和活性氮的环境中形成含氮的氢化硅薄膜,控制活性氮的数量占活性氢和活性氮总数量的5~20%,例如5%、6%、8%、10%、12%、14%、15%、16%、18%和20%中的一者或任意两者之间的范围值。

通过调节活性氧在活性氢和活性氧中的占比,从而控制含氧的氢化硅薄膜的含氧量,可以获得800-1100nm的折射率1.46-3.7、消光系数小于0.0001的高折射率、低吸收的氢化硅薄膜。通过调节活性氮在活性氢和活性氮中的占比,从而控制含氮的氢化硅薄膜的含氮量,可以获得800-1100nm的折射率3.0-3.3、消光系数小于0.0001的高折射率、低吸收的氢化硅薄膜。

活性氧/氮含量过低,不好控制,当活性氮含量过高时,虽然折射率相对比较高,但是消光系数较大,不能获得需要的膜层。

形成硅薄膜后通过氢化反应获得氢化硅薄膜,并且在氢化反应的同时发生一定量的氧化反应或氮化反应,形成高折射率、低吸收的含氧氢化硅薄膜或含氮氢化硅薄膜。

优选地,该过程可以与上述步骤(a)过程在同一真空镀膜溅射镀膜机中进行,但需要注意的是两个过程是独立分开进行的。

现有技术中获得氢化硅的方法是通过反应溅射方式,溅射与反应是同时进行的,在反应气体的环境下溅射靶材,靶材容易被氢气污染,造成生产不稳定等问题。

本发明中采用挡板将镀膜腔室分割为第一腔室和第二腔室,溅射源位于第一腔室内,反应源位于第二腔室内。本实施例中的分割并非完全独立和密封,转动机构上的基片通过转动机构的转动带动基片进入第一腔室进行溅射,溅射完成后进入第二腔室与混合气体进行反应。本发明中通过挡板对溅射源和反应源进行物理上的区分,同时在设置溅射源和反应源的位置时,尽可能的扩大溅射源和反应源的位置距离,实现相对独立,溅射过程靶材不易被反应气体污染,有效避免靶材中毒问题。

本发明的制备方法首先利用磁控溅射法,磁控Si靶溅射,在基体上沉积Si,形成硅薄膜,然后在含有活性氢的环境中通过氢化反应形成氢化硅薄膜,溅射过程和反应过程是分开的,相对独立的,溅射过程靶材不易被反应气体污染,有效避免靶材中毒问题。同时,在含有活性氢的环境中加入特定比例的活性氧或活性氮,在氢化反应的同时发生氧化反应或氮化反应,形成含氧氢化硅薄膜或含氮氢化硅薄膜,该含氧氢化硅薄膜或含氮氢化硅薄膜具有较高的折射率和更低的吸收。此外,该方法在常规简单的真空溅射镀膜设备或系统即可实现,使生产效率得到提升,降低了生产成本。

优选地,步骤(b)中活性氧的数量占活性氢和活性氧总数量的4~70%,或,活性氮的数量占活性氢和活性氮总数量的5~18%。

进一步优选地,步骤(b)中活性氧的数量占活性氢和活性氧总数量的5~20%,或,活性氮的数量占活性氢和活性氮总数量的5~10%。

通过进一步优化活性氧/活性氮在活性氢和活性氧/活性氮中的占比,从而控制氢化硅的含氧量/含氮量,具有较低含氧量/含氮量的氢化硅薄膜具有更高的折射率和更低的吸收。

在一种优选的实施方式中,高折射率氢化硅薄膜的制备方法包括以下步骤:

(a)在存在惰性气体的条件下通过MF磁控Si靶溅射,在基体上沉积Si,形成硅薄膜;

(b)在存在氢气、氧气和惰性气体混合气体的条件下通过RF或ICP对混合气体活化,

形成等离子体，等离子体与硅薄膜反应，形成含氧的氢化硅薄膜，其中，氧气占氢气和氧气混合气体的体积百分比为 4~99%，优选 4~70%，进一步优选 5~20%，或，

在存在氢气、氮气和惰性气体混合气体的条件下通过 RF 或 ICP 对混合气体活化，形成等离子体，等离子体与硅薄膜反应，形成含氮的氢化硅薄膜，其中，氮气占氢气和氮气混合气体的体积百分比为 5~20%，优选 5~18%，进一步优选 5~10%。

典型但非限制性的惰性气体为氩气。

该步骤可以在真空溅射反应镀膜机内进行，使用例如氩气的等离子体对单晶或多晶形态的半导体硅材料做溅射，使硅材料以纳米级尺寸被溅射到玻璃基片上。再使用具有 ICP 或 RF 功能的反应源，通以不同比例的氢气、氧气和氩气混合气体或氢气、氮气和氩气混合气体形成等离子体，对硅材料做氢氧化或氢氮化处理，最终形成一定含量的含氧或含氮的氢化硅薄膜。

其中，镀膜腔室设置有气体混合腔，氢气、氧气和氩气分别通入气体混合腔，混合均匀后通入镀膜腔室进行活化；或，氢气、氮气和氩气分别通入气体混合腔，混合均匀后通入镀膜腔室进行活化。本发明通过设置气体混合腔能够将氢气、氧气和氩气分散混合均匀，从而在利用 RF 或 ICP 对混合气体进行活化时，效果更佳，避免未经混合，直接通入氢气、氧气和氩气而导致的活化效果不均一的情况发生。

当通入氢气、氧气和惰性气体混合气体时，氧气占氢气和氧气混合气体的体积百分比为 4~99%，例如 4%、5%、10%、20%、30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%、95% 和 99% 中的任一者或者任意两者之间的范围值，例如优选 4~70%，进一步例如优选 5~20%。

当通入氢气、氮气和惰性气体混合气体时，氮气占氢气和氮气混合气体的体积百分比为 5~20%，例如 5%、6%、8%、10%、12%、14%、15%、16%、18% 和 20% 中的任一者或者任意两者之间的范围值，例如优选 5~18%，进一步例如优选 5~10%。

通入的氧气或氮气过低，不好控制，当氮气体积过高时，虽然折射率相对比较高，但是消光系数较大，不能获得需要的膜层。

在镀制高折射率的氢化硅薄膜时充入了少量的氧气或氮气，从而降低了膜层的消光系数，进而可以提高膜层的透过率。

在一种优选的实施方式中，步骤 (a) 中 Si 靶溅射功率为额定功率的 5%-80%，优选 20%-80%，进一步优选 40%-80%，进一步优选 40%-70%，进一步优选 50%-70%。

Si 靶溅射的额定功率例如为 15KW，此时步骤 (a) 中 Si 靶溅射功率典型但非限制性的例如为 0.75KW、1.5 KW、3 KW、6KW、7KW、8 KW、9 KW、10 KW、11 KW 和 12 KW 中的任一者或者任意两者之间的范围值。

在一种优选的实施方式中，步骤 (b) 中通过 RF 或 ICP 对混合气体活化的功率为额定功率的 5%-80%，优选 5%-50%，进一步优选 15%-50%，进一步优选 20%-50%。

通过 RF 或 ICP 对混合气体活化的功率典型的指具有 ICP 或 RF 功能的反应源功率，反应源功率的额定功率例如为 10KW，此时反应源功率典型但非限制性的例如为 0.5KW、1KW、2KW、3 KW、4KW、5KW、6KW、7KW 和 8KW 中的任一者或者任意两者之间的范围值。

通过调整溅射功率和反应功率对薄膜折射率和吸收也会有一定影响，因此，要获得高折射率和吸收小的薄膜，还需要配合调整相应的溅射功率和反应功率等参数，需要注意的是，不同机台的参数具体数值可能会稍有不同，根据实际情况调整即可。

优选地，一种典型的高折射率含氧的氢化硅薄膜的制备方法包括以下步骤：

(a) 干净的基体放在真空溅射反应镀膜机的转动机构上，镀膜面朝向靶材，转动机构在镀膜腔室内匀速旋转；镀膜腔室内真空度高于 10^{-3} Pa 时，开启溅射源并通氩气，通过 MF 磁控 Si 靶溅射，在基体上沉积 Si，形成硅薄膜；

(b) 随着转动机构转动，基体被带往反应源区域，开启反应源并通氢气、氧气和氩气，形成等离子体，与硅薄膜发生反应，形成含氧的氢化硅薄膜，反应源为 RF 或 ICP 等离子

体激发源；

其中，溅射源的功率为额定功率的 5%-80%，反应源的功率为额定功率的 5%-80%，通入的氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 4~99%。

溅射源的额定功率例如为 15KW，此时溅射源的功率典型但非限制性的例如为 0.75KW、1.5 KW、3 KW、6KW、7KW、8 KW、9 KW、10 KW、11 KW 和 12 KW 中的任一者或者任意两者之间的范围值，反应源的额定功率例如为 10KW，此时反应源的功率典型但非限制性的例如为 0.5KW、1KW、2KW、3 KW、4KW、5KW、6KW、7KW 和 8KW 中的任一者或者任意两者之间的范围值，通入的氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比例如为 4%、5%、10%、20%、30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%、95%和 99%中的任一者或者任意两者之间的范围值。

通入的氧气占通入氢气和氧气混合气体的体积百分比可以通过调节各气体流量 (sccm) 实现。

进一步地，一种典型的高折射率含氧的氢化硅薄膜的制备方法包括以下步骤：

(a) 干净的基体放在真空溅射反应镀膜机的转动机构上，镀膜面朝向靶材，转动机构在镀膜腔室内匀速旋转；镀膜腔室内真空度高于 10^{-3} Pa 时，加热基体至基体温度为 100-300℃，接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗；清洗完毕后，关闭氩气，再次将镀膜腔室内真空度抽至高于 10^{-3} Pa；开启溅射源并通氩气，通过 MF 磁控 Si 靶溅射，在基体上沉积 Si，形成硅薄膜；

(b) 随着转动机构转动，基体被带往反应源区域，开启反应源并通氢气、氧气和氩气，形成等离子体，与硅薄膜发生反应，形成含氧的氢化硅薄膜，反应源为 RF 或 ICP 等离子体激发源；

(c) 将含氧的氢化硅薄膜在退火炉内 100-300℃退火 60-180min。具体地，以升温速率为 1-15℃/min 的速度升温至 100-300℃，时间为 30-60min；接着保持恒温在 100-300℃，时间为 30-120min；接着以降温速度为 10-30℃/min 的速度降温至室温，取出。其中，轰击清洗的时间为 1~5min，轰击功率为额定功率的 5%-80%。

本发明中以特定的退火工艺和参数对含氧的氢化硅薄膜进行退火处理，限定特定的升温速度、降温速度、退火时间等参数，有利于提高其结构和光学特性显示出较好的热稳定性。优选地，一种典型的高折射率含氮的氢化硅薄膜的制备方法包括以下步骤：

(a) 干净的基体放在真空溅射反应镀膜机的转动机构上，镀膜面朝向靶材，转动机构在镀膜腔室内匀速旋转；镀膜腔室内真空度高于 10^{-3} Pa 时，开启溅射源并通氩气，通过 MF 磁控 Si 靶溅射，在基体上沉积 Si，形成硅薄膜；

(b) 随着转动机构转动，基体被带往反应源区域，开启反应源并通氢气、氮气和氩气，形成等离子体，与硅薄膜发生反应，形成含氮的氢化硅薄膜，反应源为 RF 或 ICP 等离子体激发源；

其中，溅射源的功率为额定功率的 5%-80%，反应源的功率为额定功率的 5%-80%，通入的氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 5~20%。

溅射源的额定功率例如为 15KW，此时溅射源的功率典型但非限制性的例如为 0.75KW、1.5 KW、3 KW、6KW、7KW、8 KW、9 KW、10 KW、11 KW 和 12 KW 中的任一者或者任意两者之间的范围值，反应源的额定功率例如为 10KW，此时反应源的功率典型但非限制性的例如为 1.5KW、2KW、3 KW、4KW、5KW、6KW、7KW 和 8KW 中的任一者或者任意两者之间的范围值，通入的氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比例如为 5%、6%、8%、10%、12%、14%、15%、16%、18%和 20%中的任一者或者任意两者之间的范围值。

通入的氮气占通入氢气和氮气混合气体的体积百分比可以通过调节各气体流量 (sccm) 实现。

进一步地，一种典型的高折射率含氮的氢化硅薄膜的制备方法包括以下步骤：

(a) 干净的基体放在真空溅射反应镀膜机的转动机构上, 镀膜面朝向靶材, 转动机构在镀膜腔室内匀速旋转; 镀膜腔室内真空度高于 10^{-3}Pa 时, 加热基体至基体温度为 $100\text{-}300^{\circ}\text{C}$, 接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗; 清洗完毕后, 关闭氩气, 再次将镀膜腔室内真空度抽至高于 10^{-3}Pa ; 开启溅射源并通氩气, 通过 MF 磁控 Si 靶溅射, 在基体上沉积 Si, 形成硅薄膜;

(b) 随着转动机构转动, 基体被带往反应源区域, 开启反应源并通氢气、氮气和氩气, 形成等离子体, 与硅薄膜发生反应, 形成含氮的氢化硅薄膜, 反应源为 RF 或 ICP 等离子体激发源;

(c) 将含氮的氢化硅薄膜在退火炉内 $100\text{-}300^{\circ}\text{C}$ 退火 $60\text{-}180\text{min}$ 。具体地, 以升温速率为 $1\text{-}15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 $100\text{-}300^{\circ}\text{C}$, 时间为 $30\text{-}60\text{min}$; 接着保持恒温在 $100\text{-}300^{\circ}\text{C}$, 时间为 $30\text{-}120\text{min}$; 接着以降温速度为 $10\text{-}30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温, 取出。其中, 轰击清洗的时间为 $1\text{-}5\text{min}$, 轰击功率为额定功率的 $5\%\text{-}80\%$ 。轰击的额定功率例如为 10KW , 此时, 在本实施方案中, 轰击功率例如可以为 $0.5\text{-}8\text{KW}$ 。

本发明中以特定的退火工艺和参数对含氮的氢化硅薄膜进行退火处理, 限定特定的升温速度、降温速度、退火时间等参数, 有利于提高其结构和光学特性显示出较好的热稳定性。该典型的含氧的氢化硅薄膜或含氮的氢化硅薄膜的制备方法可以在真空溅射反应镀膜系统中进行, 图 2 为本发明一种实施方式的真空溅射反应镀膜系统的结构示意图。

结合图 2 说明含氧的氢化硅薄膜的制备过程:

A. 干净的基片 100 放在转动机构 200 上, 镀膜面朝向靶材;

B. 转动机构 200 在镀膜腔室 500 内匀速旋转;

C. 当真空度在高于 10^{-3}Pa 时, 加热基体至基体温度为 $100\text{-}300^{\circ}\text{C}$, 接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗; 清洗完毕后, 关闭氩气, 再次将镀膜腔室内真空度抽至高于 10^{-3}Pa ; 开启位于第一腔室内的溅射源 300 并通氩气, 氩气被电离形成等离子体, 在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶, 硅材料被溅射到基片 100 上;

D. 随着转动机构 200 的转动, 基片 100 被带往位于第二腔室内的反应源 (RF/ICP) 区域, 溅射源 300 和反应源 400 被隔板 600 间隔开;

E. 反应源 400 区域通入氢气、氧气和氩气, 氢气、氧气和氩气在气体混合腔室 700 内混合均匀后排出, 形成等离子体, 在电场的作用下向基片 100 高速运动, 最终与基片 100 上的硅薄膜发生反应, 化合成含氧的氢化硅薄膜。

F. 将含氧的氢化硅薄膜在退火炉内以升温速率为 $1\text{-}15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 $100\text{-}300^{\circ}\text{C}$, 时间为 $30\text{-}60\text{min}$; 接着保持恒温在 $100\text{-}300^{\circ}\text{C}$, 时间为 $30\text{-}120\text{min}$; 接着以降温速度为 $10\text{-}30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温, 取出。溅射源的功率参数范围为额定功率的 $5\%\text{-}80\%$, 反应源的功率参数范围为额定功率的 $5\%\text{-}80\%$, 通入的氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 $4\text{-}99\%$ 。轰击清洗的时间为 $1\text{-}5\text{min}$, 轰击功率为额定功率的 $5\%\text{-}80\%$ 。转动机构 200 可以选自转盘、滚筒、转架杆中的一种。

结合图 2 说明含氮的氢化硅薄膜的制备过程:

A. 干净的基片 100 放在转动机构 200 上, 镀膜面朝向靶材;

B. 转动机构 200 在镀膜腔室 500 内匀速旋转;

C. 当真空度在高于 10^{-3}Pa 时, 加热基体至基体温度为 $100\text{-}300^{\circ}\text{C}$, 接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗; 清洗完毕后, 关闭氩气, 再次将镀膜腔室内真空度抽至高于 10^{-3}Pa ; 开启位于第一腔室内的溅射源 300 并通氩气, 氩气被电离形成等离子体, 在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶, 硅材料被溅射到基片 100 上;

D. 随着转动机构 200 的转动, 基片 100 被带往位于第二腔室内的反应源 (RF/ICP) 区域, 溅射源 300 和反应源 400 被隔板 600 间隔开;

E. 反应源 400 通以氢气、氮气和氩气, 氢气、氮气和氩气在气体混合腔室内混合均匀后排出, 形成等离子体, 在电场的作用下向基片 100 高速运动, 最终与基片 100 上的硅薄

膜发生反应，化合成含氮的氢化硅薄膜。

F. 将含氮的氢化硅薄膜在退火炉内以升温速率为 $1-15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 $100-300^{\circ}\text{C}$ ，时间为 $30-60\text{min}$ ；接着保持恒温在 $100-300^{\circ}\text{C}$ ，时间为 $30-120\text{min}$ ；接着以降温速度为 $10-30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温，取出。

溅射源的功率参数范围为额定功率的 $5\%-80\%$ ，反应源的功率参数范围为额定功率的 $5\%-80\%$ ，通入的氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 $5\sim 20\%$ 。轰击清洗的时间为 $1\sim 5\text{min}$ ，轰击功率为额定功率的 $5\%-80\%$ 。转动机构 200 可以选自转盘、滚筒、转架杆中的一种。

玻璃基片被排列在转动机构球罩上，随转动机构球罩逆时针转动，转速可调，被镀膜的基片先经过溅射源，被沉积一层很薄的硅薄后，旋转到反应源，被由氢氧氮，或氢氮氮离子和电子等组成的等离子体化合成所需特性的光学薄膜。在制备高折射率的薄膜时，反应源充入的混合气体中，通过调节氢气和氧气、氢气和氮气的比例（流量），可以制备 $800\sim 1100\text{nm}$ 的最低折射率从 $1.46\sim 3.7$ 逐渐变化、消光系数可小于 0.0001 的薄膜。当反应源充入的气体是氧气占比高的氢、氧和氮的混合气体，或是纯氧气、氢和氮的混合气体，可以制备 $800\sim 1100\text{nm}$ 的折射率从 $1.46\sim 1.7$ 逐渐变化、消光系数可小于 0.0001 的薄膜。

需要特别指出的是，反应源的混合气体中氧气或氮气占比是重要参数，并且，如果要获得高折射率、吸收小的薄膜，还需要配合调整相应的溅射功率、反应功率等参数，不同机台的参数具体数值会不相同。

在镀制高折射率的氢化硅薄膜时充入了少量的氧气或氮气，从而降低了膜层的消光系数，进而可以提高多层膜的透过率。

根据本发明的第二个方面，提供了一种采用上述高折射率氢化硅薄膜的制备方法得到的高折射率氢化硅薄膜。

该高折射率氢化硅薄膜在 $800\sim 1100\text{nm}$ 波长范围内的折射率为 $1.46\sim 3.7$ ，该高折射率氢化硅薄膜在 $800\sim 1100\text{nm}$ 波长范围内的消光系数小于 0.0001 。

根据本发明的第三个方面，提供了一种滤光叠层，包括多个上述高折射率氢化硅薄膜和多个低折射率薄膜，多个高折射率氢化硅薄膜和多个低折射率薄膜交替堆叠。

低折射率薄膜指在 $800\sim 1100\text{nm}$ 波长范围内折射率小于本发明高折射率氢化硅薄膜在 $800\sim 1100\text{nm}$ 波长范围内折射率的薄膜。

在一种优选的实施方式中，低折射率薄膜为二氧化硅薄膜。

二氧化硅薄膜的折射率一般在 $1.46-1.50$ 之间，属于较低折射率薄膜，与本发明高于此折射率的氢化硅薄膜交替堆叠，构成滤光叠层。

在一种优选的实施方式中，低折射率薄膜为低折射率氢化硅薄膜。

低折射率氢化硅薄膜这里所指的低折射率是一个相对量，指叠层膜系结构中这个氢化硅薄膜的折射率小于本发明高折射率氢化硅薄膜的折射率。例如采用本发明方法得到的氢化硅薄膜的折射率为 3 ，那么低折射率氢化硅薄膜就指折射率低于 3 的所有氢化硅薄膜，可以是采用常规方法得到的氢化硅薄膜，也可以是采用本发明方法具有高含氧量的氢化硅薄膜。

优选地，滤光叠层的层数为 $10\sim 100$ 层；

优选地，滤光叠层的厚度为 $1\sim 10\mu\text{m}$ 。

滤光叠层包括用作高折射率层的多个氢化硅薄膜和多个低折射率层，多个氢化硅薄膜与多个低折射率层交替堆叠。通常，滤光叠层可以由以(高/低) n 、(高/低) n 高或低(高/低) n 顺序堆叠的多个氢化硅层和多个低折射率层组成。通常，滤光叠层总共包括 10 至 100 层，即 $5\leq n\leq 50$ 。同样在通常情况下，每个氢化硅层和低折射率层的厚度在 $3\sim 300\text{nm}$ 之间，滤光叠层的厚度为 $1\sim 10\mu\text{m}$ 。一般而言，层数和厚度根据具体光学设计进行选择。

根据本发明的第四个方面，提供了一种包含上述滤光叠层的滤光片。

典型但非限制性的滤光片例如为带通、长波通或短波通滤光片。

本发明的滤光叠层以所述含氧或含氮的氢化硅薄膜作为高折射率材料，与诸如氧化硅、高含氧的氢化硅等低于上述折射率的较低折射率材料交替堆叠，形成高透射率的滤光叠层，滤光叠层镀制在玻璃、树脂基板之上，形成光学干涉薄膜带通、长波通、短波通等滤光片，使光线在大角度入射时滤光片的中心波长偏移量较小，进而使传感器在大视场角范围内具有信号损失少、信噪比高等优势，可应用在夜视、3D 成像、3D 建模、人脸识别、虹膜识别、手势识别等所有需要低偏移效应的滤光器、传感器系统中。

下面通过具体的实施例和对比例进一步说明本发明，但是，应当理解为，这些实施例仅是用于更详细地说明之用，而不应理解为用于以任何形式限制本发明。本发明涉及的各种原料均可通过商购获取。

实施例的高折射率含氧/氮的氢化硅薄膜的制备方法采用光驰科技有限公司 NSP1650 溅射镀膜系统（如图 2 所示）实施，基片为玻璃基片。

实施例 1

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，包括以下步骤：

- (a) 干净的基片放在滚筒上，镀膜面朝向靶材；
- (b) 滚筒在镀膜腔室内匀速旋转；
- (c) 当真空度高于 10^{-3}Pa 时，开启溅射源并通氩气，溅射源功率为 8KW，氩气被电离形成等离子体，在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶，硅材料被溅射到基片上；
- (d) 随着滚筒的转动，基片被带往反应源区域；
- (e) 开启反应源，反应源功率为 2KW，反应源区域通入氢气、氧气和氩气，调节气体流量，使通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 6%，气体被激发形成等离子体，在电场的作用下向基片高速运动，最终与基片上的硅薄膜发生反应，形成含氧的氢化硅薄膜。

实施例 2

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤（e）中通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 14%，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 3

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤（e）中通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 23%，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 4

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤（e）中通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 58%，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 5

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤（e）中通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 62%，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 6

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤（e）中通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 67%，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 7

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤（e）中通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 71%，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 8

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤（c）中溅射源功率为 6KW，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 9

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤（c）中溅射源功率为 12KW，其余步

骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 10

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤 (c) 中溅射源功率为 1KW，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 11

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤 (c) 中溅射源功率为 20KW，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 12

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤 (e) 中反应源功率为 0.5KW，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 13

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤 (e) 中反应源功率为 5KW，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 14

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，步骤 (e) 中反应源功率为 10KW，其余步骤和参数与实施例 1 相同。

实施例 15

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，包括以下步骤：

- (a) 干净的基片放在滚筒上，镀膜面朝向靶材；
- (b) 转盘在镀膜腔室内匀速旋转；
- (c) 当真空度高于 10^{-3}Pa 时，加热基体至基体温度为 160°C ，接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗，轰击清洗的时间为 3min，轰击功率为 2.3KW；清洗完毕后，关闭氩气，再次将镀膜腔室内真空度抽至 10^{-3}Pa ；开启溅射源并通氩气，溅射源功率为 8KW，氩气被电离形成等离子体，在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶，硅材料被溅射到基片上；
- (d) 随着转盘的转动，基片被带往反应源区域；
- (e) 开启反应源，反应源功率为 2KW，反应源区域通入氢气、氧气和氩气，调节气体流量，使通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 6%，氢气、氧气和氩气在气体混合腔室内混合均匀后排出，气体被激发形成等离子体，在电场的作用下向基片高速运动，最终与基片上的硅薄膜发生反应，形成含氧的氢化硅薄膜。
- (f) 将含氧的氢化硅薄膜在退火炉内以升温速率为 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 200°C ，时间为 30min；接着保持恒温在 200°C ，时间为 30min；接着以降温速度为 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温，取出。

实施例 16

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，包括以下步骤：

- (a) 干净的基片放在滚筒上，镀膜面朝向靶材；
- (b) 转盘在镀膜腔室内匀速旋转；
- (c) 当真空度高于 10^{-3}Pa 时，加热基体至基体温度为 100°C ，接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗，轰击清洗的时间为 1min，轰击功率为 0.6KW；清洗完毕后，关闭氩气，再次将镀膜腔室内真空度抽至 10^{-3}Pa ；开启溅射源并通氩气，溅射源功率为 8KW，氩气被电离形成等离子体，在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶，硅材料被溅射到基片上；
- (d) 随着转盘的转动，基片被带往反应源区域；
- (e) 开启反应源，反应源功率为 2KW，反应源区域通入氢气、氧气和氩气，调节气体流量，使通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 6%，氢气、氧气和氩气在气体混合腔室内混合均匀后排出，气体被激发形成等离子体，在电场的作用下向基片高速运动，

最终与基片上的硅薄膜发生反应，形成含氧的氢化硅薄膜。

(f) 将含氧的氢化硅薄膜在退火炉内以升温速率为 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 100°C ，时间为 60min；接着保持恒温在 100°C ，时间为 120min；接着以降温速度为 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温，取出。

实施例 17

一种高折射率含氧氢化硅薄膜的制备方法，包括以下步骤：

- (a) 干净的基片放在滚筒上，镀膜面朝向靶材；
- (b) 转盘在镀膜腔室内匀速旋转；
- (c) 当真空度高于 10^{-3}Pa 时，加热基体至基体温度为 300°C ，接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗，轰击清洗的时间为 5min，轰击功率为 4KW；清洗完毕后，关闭氩气，再次将镀膜腔室内真空度抽至 10^{-3}Pa ；开启溅射源并通氩气，溅射源功率为 8KW，氩气被电离形成等离子体，在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶，硅材料被溅射到基片上；
- (d) 随着转盘的转动，基片被带往反应源区域；
- (e) 开启反应源，反应源功率为 2KW，反应源区域通入氢气、氧气和氩气，调节气体流量，使通入氧气占通入氢气和氧气总和的体积百分比为 6%，氢气、氧气和氩气在气体混合腔室内混合均匀后排出，气体被激发形成等离子体，在电场的作用下向基片高速运动，最终与基片上的硅薄膜发生反应，形成含氧的氢化硅薄膜。
- (f) 将含氧的氢化硅薄膜在退火炉内以升温速率为 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 300°C ，时间为 40min；接着保持恒温在 300°C ，时间为 80min；接着以降温速度为 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温，取出。

对比例 1

一种二氧化硅薄膜的制备方法，步骤 (e) 中通入氧气和氩气，不通氢气，其余步骤和参数与实施例 1 相同，得到二氧化硅薄膜。

试验例 1

对实施例 1-21 以及对比例 1 方法得到的含氧氢化硅薄膜在 940nm 进行折射率和消光系数测定，测定方法采用本领域的常规方式测定。

测试结果如表 1 所示。

表 1

实施例或对比例	折射率 n	消光系数 k
实施例 1	3.499	6.30×10^{-04}
实施例 2	3.463	2.75×10^{-04}
实施例 3	3.045	1.26×10^{-04}
实施例 4	2.173	4.92×10^{-06}
实施例 5	2.061	3.33×10^{-06}
实施例 6	1.846	1.2×10^{-05}
实施例 7	1.711	3.42×10^{-06}
实施例 8	3.502	6.30×10^{-04}
实施例 9	3.486	6.24×10^{-04}
实施例 10	3.268	1.68×10^{-04}
实施例 11	3.363	3.75×10^{-04}
实施例 12	3.436	5.82×10^{-04}
实施例 13	3.517	6.64×10^{-04}

实施例 14	3.180	2.85×10^{-04}
实施例 15	3.526	4.16×10^{-04}
实施例 16	3.483	6.41×10^{-04}
实施例 17	3.557	5.72×10^{-04}
对比例 1	1.488	8.94×10^{-07}

由表 1 可以看出, 通过采用本发明方法 (氧气占氢氧混合气体比例 4~99%) 得到的含氧氢化硅薄膜在 940nm 的折射率在 1.46-3.7。

图 3 为 940nm 下氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜折射率和消光系数的影响。

如图 3 所示, 氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜折射率和消光系数有影响, 随着氧气比例的增大氢化硅薄膜的折射率和消光系数逐渐下降。当氧气占比最大达到 100% 时, 也就是对比例 1 的情况, 这时没有氢气存在, 生成的薄膜为二氧化硅薄膜, 二氧化硅薄膜具有较低的折射率。

实施例 10 与实施例 1 相比, 溅射源功率较小, 实施例 11 与实施例 1 相比, 溅射源功率较大, 实施例 14 与实施例 1 相比, 反应源功率较大, 结果表明在该系统下采用实施例 1 的溅射参数能够获得更好的效果。

实施例 15-17 与实施例 1 相比, 增加了对基体温度的限定以及对退火工艺的限定, 能够有利于提升折射率和稳定性。

图 4 为 850nm 下氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜折射率和消光系数的影响。

如图 4 所示, 氧气占氢氧混合气体的比例对含氧氢化硅薄膜在 850nm 的折射率和消光系数的影响与在 940nm 下的结果类似。

实施例 18

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法, 包括以下步骤:

- (a) 干净的基片放在滚筒上, 镀膜面朝向靶材;
- (b) 滚筒在镀膜腔室内匀速旋转;
- (c) 当真空度高于 10^{-3}Pa 时, 开启溅射源并通氩气, 溅射源功率为 8KW, 氩气被电离形成等离子体, 在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶, 硅材料被溅射到基片上;
- (d) 随着滚筒的转动, 基片被带往反应源区域;
- (e) 开启反应源, 反应源功率为 3KW, 反应源区域通入氢气、氮气和氩气, 调节气体流量, 使通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 5%, 气体被激发形成等离子体, 在电场的作用下向基片高速运动, 最终与基片上的硅薄膜发生反应, 形成含氮的氢化硅薄膜。

实施例 19

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法, 步骤 (e) 中通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 8%, 其余步骤和参数与实施例 15 相同。

实施例 20

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法, 步骤 (e) 中通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 12%, 其余步骤和参数与实施例 15 相同。

实施例 21

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法, 步骤 (e) 中通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 20%, 其余步骤和参数与实施例 15 相同。

实施例 22

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法, 步骤 (e) 中反应源功率为 1.5KW, 其余步骤和参数与实施例 15 相同。

实施例 23

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法，步骤(e)中反应源功率为 5KW，其余步骤和参数与实施例 15 相同。

实施例 24

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法，步骤(e)中反应源功率为 10KW，其余步骤和参数与实施例 15 相同。

实施例 25

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法，包括以下步骤：

- (a) 干净的基片放在滚筒上，镀膜面朝向靶材；
- (b) 转盘在镀膜腔室内匀速旋转；
- (c) 当真空度高于 10^{-3}Pa 时，加热基体至基体温度为 160°C ，接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗，轰击清洗的时间为 3min，轰击功率为 2.3KW；清洗完毕后，关闭氩气，再次将镀膜腔室内真空度抽至 10^{-3}Pa ；开启溅射源并通氩气，溅射源功率为 8KW，氩气被电离形成等离子体，在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶，硅材料被溅射到基片上；
- (d) 随着转盘的转动，基片被带往反应源区域；
- (e) 开启反应源，反应源功率为 2KW，反应源区域通入氢气、氮气和氩气，调节气体流量，使通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 6%，氢气、氮气和氩气在气体混合腔室内混合均匀后排出，气体被激发形成等离子体，在电场的作用下向基片高速运动，最终与基片上的硅薄膜发生反应，形成含氮的氢化硅薄膜。
- (f) 将含氮的氢化硅薄膜在退火炉内以升温速率为 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 200°C ，时间为 30min；接着保持恒温在 200°C ，时间为 30min；接着以降温速度为 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温，取出。

实施例 26

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法，包括以下步骤：

- (a) 干净的基片放在滚筒上，镀膜面朝向靶材；
- (b) 转盘在镀膜腔室内匀速旋转；
- (c) 当真空度高于 10^{-3}Pa 时，加热基体至基体温度为 100°C ，接着通入氩气对镀膜腔室和基体进行轰击清洗，轰击清洗的时间为 1min，轰击功率为 0.6KW；清洗完毕后，关闭氩气，再次将镀膜腔室内真空度抽至 10^{-3}Pa ；开启溅射源并通氩气，溅射源功率为 8KW，氩气被电离形成等离子体，在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶，硅材料被溅射到基片上；
- (d) 随着转盘的转动，基片被带往反应源区域；
- (e) 开启反应源，反应源功率为 2KW，反应源区域通入氢气、氮气和氩气，调节气体流量，使通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 6%，氢气、氮气和氩气在气体混合腔室内混合均匀后排出，气体被激发形成等离子体，在电场的作用下向基片高速运动，最终与基片上的硅薄膜发生反应，形成含氮的氢化硅薄膜。
- (f) 将含氮的氢化硅薄膜在退火炉内以升温速率为 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 100°C ，时间为 60min；接着保持恒温在 100°C ，时间为 120min；接着以降温速度为 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温，取出。

实施例 27

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法，包括以下步骤：

- (a) 干净的基片放在滚筒上，镀膜面朝向靶材；
- (b) 转盘在镀膜腔室内匀速旋转；
- (c) 当真空度高于 10^{-3}Pa 时，加热基体至基体温度为 300°C ，接着通入氩气对镀膜

腔室和基体进行轰击清洗，轰击清洗的时间为 5min，轰击功率为 4KW；清洗完毕后，关闭氩气，再次将镀膜腔室内真空度抽至 10^{-3}Pa ；开启溅射源并通氩气，溅射源功率为 8KW，氩气被电离形成等离子体，在电、磁场的作用下轰击高纯硅靶，硅材料被溅射到基片上；

(d) 随着转盘的转动，基片被带往反应源区域；

(e) 开启反应源，反应源功率为 2KW，反应源区域通入氢气、氮气和氩气，调节气体流量，使通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 6%，氢气、氮气和氩气在气体混合腔室内混合均匀后排出，气体被激发形成等离子体，在电场的作用下向基片高速运动，最终与基片上的硅薄膜发生反应，形成含氮的氢化硅薄膜。

(f) 将含氮的氢化硅薄膜在退火炉内以升温速率为 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 300°C ，时间为 40min；接着保持恒温在 300°C ，时间为 80min；接着以降温速度为 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度降温至室温，取出。

对比例 2

一种高折射率含氮氢化硅薄膜的制备方法，步骤 (e) 中通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 23%，其余步骤和参数与实施例 22 相同。

试验例 2

对实施例 15-21 以及对比例 2 方法得到的含氮氢化硅薄膜进行折射率和消光系数测定，具体测定方法与试验例 1 中相同。

测试结果如表 2 所示。

表 2

实施例或对比例	折射率 n	消光系数 k
实施例 18	3.220	5.12×10^{-05}
实施例 19	3.194	6.21×10^{-05}
实施例 20	3.117	7.95×10^{-05}
实施例 21	2.995	9.14×10^{-05}
实施例 22	3.206	5.58×10^{-05}
实施例 23	3.186	4.96×10^{-05}
实施例 24	3.048	2.21×10^{-05}
实施例 25	3.292	4.55×10^{-05}
实施例 26	3.214	5.36×10^{-05}
实施例 27	3.317	5.09×10^{-05}
对比例 2	2.838	4.81×10^{-06}

由表 2 可以看出，通过采用本发明方法（氮气占氢氮混合气体比例 5~20%）得到的含氮氢化硅薄膜在 940nm 的折射率在 3.0-3.3，可获得高折射率、吸收小的薄膜。

图 5 为 940nm 下氮气占氢氮混合气体的比例对含氮氢化硅薄膜折射率和消光系数的影响。

如图 5 所示，氮气占氢氮混合气体的比例对含氮氢化硅薄膜折射率和消光系数有影响，随着氮气比例的增大氢化硅薄膜的折射率下降，而消光系数逐渐上升，当氮气占比超过 20% 时，消光系数上升明显。

对比例 2 与实施例 18 相比，通入氮气占通入氢气和氮气总和的体积百分比为 23%，虽然折射率较高，但消光系数也较高，不能满足需要。

实施例 22、实施例 23 与实施例 18 相比，虽然反应源功率不同，但折射率和消光系数

相差不大, 实施例 24 与实施例 18 相比, 反应源功率较大, 而结果表明在该溅射系统下采用实施例 1 的溅射参数能够获得更好的效果。

实施例 25 与实施例 18 相比, 增加了对基体温度的限定以及对退火工艺的限定, 能够有利于提升稳定性。

实施例 28

一种滤光叠层, 包括多个实施例 3 的高折射率含氧氢化硅薄膜和多个 SiO_2 薄膜, 多个实施例 3 的高折射率氢化硅薄膜和多个 SiO_2 薄膜交替堆叠, 实施例 3 的高折射率氢化硅薄膜厚度为 100nm, SiO_2 薄膜厚度为 200nm, 滤光叠层厚度为 5 μm 。

实施例 29

一种滤光叠层, 包括多个实施例 17 的高折射率含氮氢化硅薄膜和多个低折射率含氧氢化硅薄膜 (实施例 7), 两者交替堆叠, 高折射率含氮氢化硅薄膜厚度为 100nm, 低折射率含氧氢化硅薄膜厚度为 100nm, 滤光叠层厚度为 3 μm 。

试验例 3

使用实施例 28 的滤光叠层镀制的 940nm 中心波长的带通滤光片 0-30°入射的实测光谱曲线, 如图 6 所示。

使用实施例 28 的滤光叠层镀制的 850nm 中心波长的带通滤光片 0-30°入射的实测光谱曲线, 如图 7 所示。

使用实施例 29 的滤光叠层镀制的 940nm 中心波长的带通滤光片 0-30°入射的实测光谱曲线, 如图 8 所示。

使用 TiO_2 滤光叠层镀制的 940nm 中心波长的带通滤光片 0-30°入射的实测光谱曲线, 如图 9 所示。

结果表明, 图 6 中偏移量小于 14nm, 最大透过率大于 94%, 图 7 中偏移量小于 11nm, 最大透过率大于 94%。图 8 中偏移量小于 12nm, 最大透过率大于 94%。

使用 TiO_2 、 Ta_2O_5 、 Nb_2O_5 等传统高折射率设计 940nm 的带通滤光片, 其中心波长随角度偏移较大 (约 30nm), 并且膜系总厚度厚 (是本发明的厚度的 2-3 倍), 意味着生产效率较低。如图 9 所示, 相比可知, 用本发明材料镀制的滤光片具有更好的光谱特性。

尽管已用具体实施例来说明和描述了本发明, 然而应意识到, 在不背离本发明的精神和范围的情况下可作出许多其它的更改和修改。因此, 这意味着在所附权利要求中包括属于本发明范围内的所有这些变化和修改。

工业实用性

(1) 本发明高折射率氢化硅薄膜的制备方法的溅射过程和反应过程是分开的, 相对独立的, 溅射过程靶材不易被反应气体污染, 有效避免靶材中毒问题。该方法使生产效率得到提升, 降低了成本。获得的含氧或含氮的氢化硅薄膜具有较高的折射率和更低的吸收。

(2) 本发明高折射率氢化硅薄膜的制备方法得到的氢化硅薄膜, 其薄膜折射率高, 吸收低。

(3) 本发明的滤光叠层以所述含氧或含氮的氢化硅薄膜作为高折射率材料制得, 其透过率高, 且具有中心波长偏移量较小, 信号损失少、信噪比高等优势。

(4) 本发明的滤光片, 包含了上述滤光叠层, 因此具有与上述滤光叠层相同的优势, 使得制成的滤光片具有较高的透过率且中心波长偏移量小。